

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS (P²CEM)

HELTON JOSÉ RODRIGUES CABRAL

**Estudos das Transformações de Fases Ocorridas em Ligas de
Ti-Nb-Si Submetidas a Tratamentos Termomecânicos.**

SÃO CRISTOVÃO, SE – BRASIL

2019

ESTUDO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES OCORRIDAS EM
LIGAS DE Ti-Nb-Si SUBMETIDAS A TRATAMENTOS
TERMOMECÂNICOS

Helton José Rodrigues Cabral

Tese submetida ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Wilton Walter Batista.

SÃO CRISTOVÃO, SE – BRASIL

2019

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

C117e Cabral, Helton José Rodrigues
Estudos das transformações de fases ocorridas em ligas de Ti-Nb-Si submetidas a e tratamentos termomecânicos / Helton José Rodrigues Cabral ; orientador Wilton Walter Batista. – São Cristóvão, 2019.
93 f. ; il.

Tese (doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Sergipe, 2019.

1. Engenharia de materiais. 2. Ligas de titânio. 3. Transformações de fase (Física estatística). 4. Deformação. 5. Recristalização (Metalurgia). I. Batista, Wilton Walter, orient. II. Título.

CDU: 620.1

“Estudos das Transformações de Fases Ocorridas em Ligas de Ti-Nb-Si Submetidas a Tratamentos Termomecânicos”

Helton José Rodrigues Cabral

Tese submetida ao corpo docente do PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS da Universidade Federal de Sergipe como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de DOUTOR em CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Aprovada por:



Prof. Dr. Wilton Walter Batista



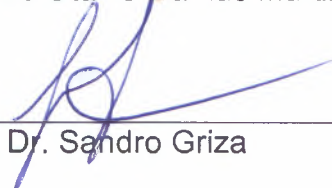
Prof. Dr. Dárcio Hersch Gomes de Souza Sá



Prof. Dr. Marcelo Andrade Macedo



Prof. Dr. Carlos Otávio Damas Martins



Prof. Dr. Sandro Griza

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL.

Fevereiro/2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, minha esposa, meu filho, meus irmãos e sobrinhos.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Francisco de Souza Cabral e Maria das Graças Rodrigues Cabral (in memorian), pelo dom da vida, pelo carinho, pela educação, pelos valores que me ensinaram e pelo apoio que sempre me deram;

À minha esposa, Ana Carolina de Souza Cavalcante Cabral, pelo amor, dedicação, paciência, compreensão em todos os momentos e por ter-me dado o maior presente da minha vida: nosso filho;

Ao meu filho Heitor Cavalcante Cabral por encher a minha vida de carinho, alegria e amor, e por me fazer a cada dia uma pessoa melhor.

Aos meus irmãos, Helifranklin Rodrigues Cabral, Helen Kerla Rodrigues Cabral, Hérica do Socorro Rodrigues Cabral e Hewerton Henrique Rodrigues Cabral, pela amizade e o companheirismo durante toda a minha vida;

Aos meus sobrinhos, Guilherme Davi Alves Cabral, Maria Helena Cabral Coelho, João Gabriel Alves Cabral e Davi Gabriel Cabral Feitosa, pela alegria e paz que me transmitem;

Ao meu orientador, Wilton Walter Batista pela orientação, amizade e ensinamentos que me transmitiu;

Aos professores Sandro Griza, Carlos Otávio Damas Martins, Dárcio Hersch Gomes de Souza Sá e Marcelo Andrade Macedo pelas sugestões de melhorias que deram para o trabalho;

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFS pelos conhecimentos que me foram passados;

Aos amigos de Pós-Graduação, Givanilson Brito de Oliveira, Flavio Gustavo Ribeiro Freitas, Patrícia Gomes de Andrade Borges, André Romão Terto, Damon Ferreira Farias, Maria Erisfagna Ribeiro de Macedo, Silvando Vieira dos Santos, pela amizade e auxílio nas diversas etapas do mestrado;

À CAPES pelo suporte financeiro.

Resumo da Tese apresentada ao P²CEM/UFS como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais (D.Sc.)

ESTUDO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES OCORRIDAS EM LIGAS DE Ti-Nb-Si SUBMETIDAS A TRATAMENTOS TERMOMECAÑICOS

Helton José Rodrigues Cabral

Junho/2019

Orientador: Wilton Walter Batista

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Ligas de Ti-Nb-Si possuem uma combinação de propriedades que as tornam excelentes alternativas para a utilização em implantes ortopédicos. A aplicação de tratamentos termomecânicos nesses materiais possibilita a alteração dessas propriedades. Esta tese apresenta um estudo das transformações de fases ocorridas em ligas de Ti-Nb-Si submetidas a tratamentos termomecânicos. Foram produzidas ligas de Ti-Nb-Si com três composições diferentes: Ti-35Nb-XSi (onde X=0,15; 0,25 e 0,35% em massa). Após a fusão, os lingotes foram homogeneizados a 1000 °C por seis horas e em seguida deformados por forjamento em quatro diferentes níveis com o auxílio de uma matriz. As ligas deformadas por forjamento foram aquecidas nas temperaturas de 400, 800 e 900 °C. A liga com composição de 0,35%Si também foi submetida ao processo de deformação por ECAP. As mudanças ocasionadas por cada processo foram avaliadas utilizando-se as técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura, dureza Vickers e difração de raios X. Os resultados mostraram que os processos de deformação a frio ocasionaram o aumento de dureza em todas as composições, com a formação da fase α'' . O aquecimento nas diferentes temperaturas promoveu alterações microestruturais e na dureza das ligas.

Palavras-chave: ligas de titânio, transformações de fases, deformação a frio, recristalização, ECAP.

Abstract of Thesis presented to P²CEM/UFS as a partial fulfillment of the requirements
for the degree of Doctor in Materials Science and Engineering (D.Sc.)

STUDY OF PHASE TRANSFORMATIONS OCCURRING ON Ti-Nb-Si ALLOYS
SUBMITTED TO THERMOMECHANIC TREATMENTS

Helton José Rodrigues Cabral

Junho/2019

Advisors: Wilton Walter Batista

Department: Materials Science and Engineering

Ti-Nb-Si alloys have a combination of properties that make them excellent alternatives for use in orthopedic implants. The application of thermomechanical treatments in these materials allows the modification of these properties. This thesis presents a study of the phase transformations occurring in Ti-Nb-Si alloys submitted to thermomechanical treatments. Ti-Nb-Si alloys were produced with three different compositions: Ti-35Nb-XSi (where X = 0.15, 0.25 and 0.35 wt%). After melting, the ingots were homogenized at 1000 ° C for six hours and then deformed by forging at four different levels with the aid of a matrix. Forged alloys were heated at temperatures of 400, 800 and 900 ° C. The alloy with composition of 0.35% Si was also submitted to the deformation process by ECAP. The changes caused by each process were evaluated using optical and scanning electron microscopy, Vickers hardness and X-ray diffraction techniques. The results showed that the cold deformation processes caused the increase of hardness in all the compositions, with the formation of the α -phase. The heating at the different temperatures promoted changes in the microstructure and in the alloys hardness.

Key words: titanium alloys, phase transformations, cold deformation, recrystallization, ECAP.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	1
2.	OBJETIVOS	4
2.1.	Geral.....	4
2.2.	Específicos.....	4
3.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	5
3.1.	Implantes ortopédicos	5
3.2.	Propriedades necessárias para implantes ortopédicos.	5
3.3.	O titânio e suas ligas.....	7
3.4.	Ligas de Ti em aplicações biomédicas	10
3.5.	Ligas de Ti-Nb.	11
3.6.	Ligas de Ti-Nb-Si.....	13
3.7.	Tratamentos termomecânicos.....	15
3.7.1.	Deformação a frio e recristalização.....	15
3.7.2.	Prensagem em Canais Equiangulares (ECAP).....	17
4.0.	REVISÃO DE LITERATURA.....	20
4.1.	Produção de ligas de Ti	20
4.2.	Tratamentos termomecânicos em ligas de Ti.	20
5.	METODOLOGIA	28
5.1.	Produção das ligas.....	28
5.2.	Homogeneização das ligas	30
5.3.	Deformação a frio das ligas.....	31
5.3.1.	Deformação em matriz aberta	31
5.3.2.	Construção dos perfis de dureza.....	32
5.3.3.	Deformação em matriz ECAP.....	32
5.4.	Microscopia óptica	33
5.5.	Difração de raios X.	33

5.6.	Recozimento das ligas deformadas em matriz aberta	34
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
6.1.	Produção das ligas.....	35
6.2.	Forno tubular de tratamentos térmicos.....	36
6.2.1.	Curvas de calibração do forno tubular	36
6.2.2.	Testes no forno tubular.....	37
6.3.	Deformação em matriz aberta.....	40
6.3.1.	Dureza das ligas deformadas em matriz aberta.....	40
6.3.2.	Difração de raios X das ligas deformadas em matriz aberta	43
6.3.3.	Microscopia óptica das ligas deformadas em matriz aberta.....	46
6.4.	Recozimento das ligas deformadas em matriz aberta	49
6.4.1.	Dureza das ligas recozidas	50
6.4.2.	Difração de raios X das ligas recozidas.....	52
6.4.3.	Microscopia óptica das ligas recozidas	54
6.5.	Deformação em matriz ECAP.....	55
6.5.1.	Dureza da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP	56
6.5.2.	DRX da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP	59
6.5.3.	Microscopia óptica da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP.....	60
7.	CONCLUSÕES.....	62
8.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	64
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	65
	ANEXO I	73
	ANEXO II	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Evolução da expectativa de vida no Brasil (IBGE).....	6
Tabela 2-Módulo de elasticidade de diferentes ligas de titânio (adaptado de LIU et al. 2004). ...	9
Tabela 3-Propriedades físico-químicas de alguns metais (EISENBARTH et al., 2004).	11
Tabela 4-Pureza e procedência dos metais e soluções utilizadas na decapagem dos elementos.	28
Tabela 5-Dados referentes às ligas Ti-35Nb-XSi (X = 0,15; 0,25; 0,35) produzidas.	35
Tabela 6-Dados das ligas após a homogeneização.....	39

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Prótese utilizada como substituição total da articulação do quadril (adaptado de LIU <i>et al.</i> , 2004).	7
Figura 2-Diferentes diagramas de fases das ligas de Ti (PETERS <i>et al.</i> , 2003).	9
Figura 3-Módulo de elasticidade de ligas biomédicas (adaptado de GEETHA <i>et al.</i> , 2009).	11
Figura 4-Diagrama de fases do sistema Ti-Nb (SOUZA, 2007).	12
Figura 5-Variação do módulo da liga Ti-Nb com a adição de Sn (HANADA <i>et al.</i> , 2005).	13
Figura 6-Modificação do módulo de elasticidade da liga Ti-26Nb com a adição de Si (adaptado de KIM <i>et al.</i> , 2006).	14
Figura 7-Diagrama de fases do sistema Ti-Si (adaptado de GENG <i>et al.</i> , 2009).	14
Figura 8-Variações da resistência mecânica e da ductilidade com o recozimento de uma liga de bronze deformada a frio (adaptado de CALLISTER, 2008).	16
Figura 9-Representação esquemática do processo de ECAP (adaptado de LIN <i>et al.</i> , 2013).	18
Figura 10 - Diferentes rotas de processamento ECAP (ADEDOKUN, 2011).	19
Figura 11-Curvas tensão x deformação da liga Ti-38Nb: (a) forjada a quente e solubilizada, (b) laminada a frio seguida de envelhecimento (GUO <i>et al.</i> , 2015).	22
Figura 12-Forno de fusão: (a) visão geral, (b) câmara de fusão com atmosfera controlada e (c) cadinho de cobre refrigerado a água.	29
Figura 13-Forno tubular para tratamentos térmicos.	30
Figura 14-Matriz aberta para deformação por compressão: (a) partes separadas e (b) partes unidas.	31
Figura 15 - Matriz de deformação ECAP com ângulo de 120°.	32
Figura 16-Lingote da liga Ti-35Nb-0,15Si no estado bruto de fusão.	36
Figura 17-Curva de calibração do forno para a temperatura de 1000 °C.	37
Figura 18-Defletor de calor: (a) durante o aquecimento e (b) apresentando oxidação após o resfriamento.	38
Figura 19-Ti puro decaído: (a) antes do tratamento térmico e (b) após o tratamento térmico.	39
Figura 20-Amostra contaminada após o tratamento térmico: (a) parte superior e (b) parte inferior.	39
Figura 21-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,15Si deformadas.	40
Figura 22-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,25Si deformadas.	41
Figura 23-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,35Si deformadas.	41
Figura 24-Dureza das ligas Ti-35Nb-XSi (X = 0,15; 0,25; 0,35).	42

Figura 25-Difratogramas de raios X da liga Ti-35Nb-0,15Si sem deformação e submetidas às deformações.	44
Figura 26- Difrátogramas de raios X das ligas Ti-35Nb-0,25Si sem deformação e submetidas às deformações.	45
Figura 27- Difrátogramas de raios X das ligas Ti-35Nb-0,35Si sem deformação e submetidas às deformações.	46
Figura 28-Micrografias ópticas da liga Ti-35Nb-0,15Si: (a) 12,5% de deformação, (b) 25% de deformação, (c) 37,5% de deformação e (d) 50% de deformação.	47
Figura 29-. Micrografias ópticas da liga Ti-35Nb-0,25Si: (a) 12,5% de deformação, (b) 25% de deformação, (c) 37,5% de deformação e (d) 50% de deformação.	48
Figura 30- Micrografias da liga Ti-35Nb-0,35Si: (a) com 12,5% de deformação, (b) com 25% de deformação, (c) com 37,5% de deformação e (d) com 50% de deformação.....	49
Figura 31-Dureza da liga Ti-35Nb-0,15Si em diferentes condições.....	50
Figura 32-Dureza da liga Ti-35Nb-0,25Si em diferentes condições.....	51
Figura 33-Dureza da liga Ti-35Nb-0,35Si em diferentes condições.....	52
Figura 34-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,15Si com 50% de deformação por forjamento, recozida em 3 temperaturas.....	53
Figura 35-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,25Si com 50% de deformação por forjamento, recozida em 3 temperaturas.....	53
Figura 36-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,35Si com 50% de deformação por forjamento recozida, em 3 temperaturas.....	54
Figura 37-Micrografia óptica da liga Ti-35Nb-0,15Si recozida: (a) 400 °C, (b) 800 °C e (c) 900 °C.	55
Figura 38-Variação da dureza com o aumento do número de passes na liga Ti-35Nb-0,35Si deformada por ECAP.	57
Figura 39- Comparação entre os métodos de deformação por forjamento e ECAP na liga Ti-35Nb-0,35Si.	58
Figura 40-Difração de raios X da liga Ti-35Nb-0,15Si deformada a frio por ECAP submetida a diferentes passes.	59
Figura 41-Micrografias da liga Ti-35Nb-0,35Si processada por ECAP: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 4 passes e (d) 6 passes.....	60

1. INTRODUÇÃO

Fatores como o envelhecimento do ser humano - que causa um desgaste natural dos ossos e tecidos – e o número cada vez maior de acidentes, geram necessidade de substituir partes do corpo por próteses. Essas próteses têm a finalidade de recuperar a forma e a função de estruturas biológicas danificadas, aumentando a qualidade de vida do usuário (GEETHA *et. al.*, 2009). Nos últimos anos, ocorreu um aumento na demanda por essas próteses. De acordo com RACK e QAZI (2006), o número de substituições totais de quadril realizadas no mundo no ano 2000 foi aproximadamente 152.000, enquanto há uma projeção de que em 2030 esse número seja por volta de 272.000. Outro fator que deve ser levado em consideração é a atual durabilidade dos implantes em comparação com a crescente expectativa de vida da população, fator que pode gerar a necessidade de cirurgias de revisão. Por esses motivos, há uma busca por materiais que possam servir de matéria-prima para as próteses, aumentando sua vida útil.

Para que um material seja utilizado de forma eficiente como implante ortopédico é necessário que ele possua algumas propriedades, como resistência à corrosão, resistência mecânica, biocompatibilidade e baixo módulo de elasticidade. O valor do módulo de elasticidade do implante deve ser o mais próximo possível do valor do módulo do tecido ósseo cortical, em torno de 30 GPa (WANG *et. al.*, 2016), para que não ocorra o fenômeno conhecido como reabsorção óssea, ocasionado pela má distribuição de esforços entre o implante e tecido ósseo, que pode levar à falha prematura (BÖNISCH *et. al.*, 2013).

As tentativas de substituição de partes danificadas por próteses artificiais envolveram materiais como aço inoxidável e a liga Cr-Co. Entretanto, esses materiais apresentaram problemas como o desgaste ocasionado pelo atrito excessivo entre a prótese e tecido ósseo; e, especialmente, o alto módulo de elasticidade (RATNER *et al.*, 2004). Em função disso, o titânio passou a ser uma boa opção já que tem um módulo de elasticidade menor do que os materiais anteriormente utilizados (BAI *et al.*, 2016).

Algumas ligas de Ti possuem uma combinação favorável das propriedades requeridas para a utilização em implantes ortopédicos, como elevada resistência à corrosão (CREMASCO *et al.*, 2010, TAVARES *et al.*, 2014.), boa resistência mecânica (TAVARES, 2014) e biocompatibilidade (QIAL e GUO, 2010). Além disso, alguns

autores conseguiram obter ligas de Ti com módulo reduzido utilizando diferentes elementos de liga (ZHOU *et al.*, 2004, MATSUMOTO *et al.*, 2005, KIM *et al.*, 2006).

Os sucessos desses trabalhos na redução do módulo de elasticidade de algumas ligas de Ti incentivaram novas pesquisas nesse campo de estudo, utilizando diferentes elementos de liga, composições e tratamentos térmicos.

Uma das ligas de titânio mais utilizadas na fabricação de implantes nas últimas décadas foi a Ti-6Al-4V, que promoveu aumento de resistência mecânica ao Ti puro. Entretanto, há alguns aspectos negativos relacionados com a utilização dessa liga como biomaterial. Os elementos Al e V não são biocompatíveis e podem causar efeitos nocivos ao corpo humano (LEE, 2002). Além disso, o valor do módulo de elasticidade da liga Ti-6Al-4V é em torno de 110 GPa que é muito distante do valor ideal. Por esses motivos, diversos trabalhos estão sendo desenvolvidos buscando-se adicionar ao Ti elementos de liga que sejam biocompatíveis e que auxiliem na redução do módulo de elasticidade (HSU *et al.*, 2014).

Uma característica muito importante envolvendo o Ti é que esse elemento sofre uma transformação de fases ao atingir a temperatura de 883 °C, alterando a sua célula unitária (KARRE *et al.*, 2016). Essa transformação pode dar origem às fases estáveis α e β e às fases metaestáveis α' , α'' e ω (PATHAK *et al.*, 2014). Cada uma dessas fases tem características próprias. De acordo com BÖNISCH *et al.* (2015), a correlação do módulo de elasticidade das fases do Ti é a seguinte: $E_{\omega} > E_{\alpha'} > E_{\alpha''} > E_{\beta}$. Portanto, conclui-se que para a obtenção de ligas de Ti com baixo módulo são necessárias a estabilização da fase β e a supressão da fase ω . Em razão disso, as pesquisas mais recentes têm focado prioritariamente em ligas de Ti contendo elementos β estabilizadores.

Nesse sentido, os elementos Nb e Si se mostram opções interessantes, já que ambos são apontados como elementos biocompatíveis (HUSSEIN *et al.*, 2016, ZHANG *et al.*, 2013) e estabilizadores da fase β do Ti (KIM *et al.*, 2006, ZHAO *et al.*, 2013). Além disso, outros aspectos podem ser mencionados: o Si é apontado com um elemento supressor da fase ω e que atua como refinador dos grãos do Ti (BERMINGHAM *et al.*, 2008, KIM *et al.*, 2007) e o Brasil é o maior produtor mundial de Nb, fato que tem potencial para possibilitar obtenção de ligas com um custo reduzido (LOPES, 2009).

As propriedades das ligas de Ti são altamente dependentes de sua composição, distribuição das fases e dos tratamentos termomecânicos empregados. Dessa forma, as análises de transformações de fases e da correlação microestrutura-propriedades são de fundamental importância nos estudos envolvendo ligas de Ti.

Um processo termomecânico muito utilizado em ligas de Ti e a laminação a quente, no qual as ligas são deformadas em altas temperaturas possibilitando grandes níveis de deformação. Processos de deformação plástica a frio podem ser alternativas interessantes, já que o processamento a frio promove o refinamento da microestrutura e a formação de novas fases, aumentando a resistência mecânica, porém a ductilidade é reduzida (SAKAI *et al.*, 2014). Aquecimentos posteriores podem promover a reversão parcial do processo de deformação, resultando em uma combinação satisfatória de resistência mecânica e ductilidade (AL ZAIN *et al.*, 2010, NING *et al.*, 2015).

Esta tese apresenta um estudo relacionado a tratamentos termomecânicos aplicados em ligas de Ti-Nb-Si e a avaliação das transformações de fases ocasionadas por esses processos. Os elementos Nb e Si foram escolhidos pelo fato de serem estabilizadores da fase β do Ti, além de biocompatíveis. Além disso, estudos realizados mostraram que esses elementos atuam reduzindo o módulo de elasticidade do Ti. O baixo módulo de elasticidade é de fundamental importância em materiais a serem usados como implantes ortopédicos.

Foram estudadas três diferentes composições da liga Ti-35Nb-XSi (onde X=0,15; 0,25 e 0,35% em massa). As ligas foram produzidas pelo processo de fusão dos elementos, em um forno a arco com atmosfera controlada de argônio. Posteriormente, as ligas produzidas foram homogeneizadas na temperatura de 1000 °C por seis horas com a finalidade de eliminar as heterogeneidades provenientes do processo de solidificação. Foram realizadas deformações a frio nas ligas para quebrar a estrutura de solidificação da liga homogeneizada, visando a redução granulométrica. Foi utilizada uma matriz semiaberta na deformação com a finalidade de eliminar o espalhamento lateral característico da compressão e reduzir o gradiente de deformação. Após a deformação, as ligas foram aquecidas nas temperaturas de 400, 800 e 900 °C por uma hora, com a finalidade de verificar a influência de cada temperatura no processo de recristalização.

Na composição Ti-35Nb-0,35Si foi feito um estudo sobre o processo de deformação por Prensagem em Canais Equiangulares (*Equal Channel Angular Pressing* – ECAP), que consiste em passar uma amostra sobre os canais de uma matriz, provocando deformação por cisalhamento, sem redução das suas dimensões. A finalidade foi comparar dois diferentes métodos de processamento a frio.

Para avaliar as mudanças ocorridas nas ligas pelos tratamentos termomecânicos empregados, foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica, dureza Vickers e difração de raios X.

2. OBJETIVOS

2.1. Geral

Avaliar o efeito de tratamentos termomecânicos na microestrutura, propriedades e formação de fases de ligas Ti-35Nb-XSi, onde X = 0,15; 0,25 e 0,35% Si.

2.2. Específicos

- Verificar o comportamento das ligas Ti-35Nb-XSi deformadas em matriz aberta;
- Avaliar o efeito do aquecimento em diferentes temperaturas nas ligas deformadas em matriz aberta;
- Identificar a temperatura de recristalização de cada composição.
- Verificar o comportamento das ligas Ti-35Nb-XSi deformadas em matriz ECAP;
- Comparar os dois métodos de deformação estudados.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. Implantes ortopédicos

Os implantes ortopédicos são estruturas artificiais utilizadas para substituir a forma e a função de partes danificadas do corpo humano (GEETHA *et al.*, 2009). Nas últimas décadas houve um grande aumento na demanda por esses implantes devido a uma série de fatores, dentre os quais se destacam o grande número de acidentes que ocorrem diariamente, danificando partes do corpo; e o envelhecimento do ser humano, que causa um desgaste natural do tecido ósseo e articulações. Outro fator que deve ser considerado é o aumento da expectativa de vida da população. De acordo com o IBGE (2008), a expectativa de vida em países como o Japão e Suíça no ano de 2008 era superior a 80 anos, enquanto no Brasil era por volta de 72 anos. No entanto, essa expectativa de vida no Brasil vem aumentando e há uma projeção de que alcance 81 anos em 2050 (tabela 1). De acordo com RACK e QAZI (2006), cerca de 30% das pessoas que necessitam de cirurgias de artroplastia tem idade inferior a 65 anos e quando se compara a crescente expectativa de vida da população com a estimativa atual de durabilidade dos implantes que é de 12 a 15 anos (TADDEI *et al.*, 2004), chega-se à conclusão de que boa parte das pessoas necessitará de pelo menos uma cirurgia de revisão durante a vida. Como essas cirurgias são complicadas, principalmente para pessoas com idade mais avançada, tem-se buscado formas de aumentar a durabilidade dos implantes, diminuindo-se, assim, a necessidade de cirurgias de revisão.

3.2. Propriedades necessárias para implantes ortopédicos

Para que um implante ortopédico seja eficiente e tenha maior durabilidade é necessário que os materiais utilizados em sua fabricação sejam dotados das seguintes características (BREME *et al.*, 2003; ABDEL-HADY e NIINOMI, 2013; GEETHA *et al.*, 2009):

i. Resistência à corrosão: Durante a sua utilização no corpo humano, os implantes ortopédicos permanecem em contato permanente com fluidos corporais, necessitando de alta resistência à corrosão;

ii. Biocompatibilidade: No sistema implante/corpo várias reações e interações podem causar danos ao usuário. Os materiais utilizados como implantes precisam ser não tóxicos e não podem causar reações alérgicas ou inflamatórias no corpo humano;

iii. Bioadesão (osseointegração): Devem ser utilizados materiais com boa integração com o corpo humano para que não haja rejeição;

iv. Propriedades mecânicas: Quando desempenham suas funções mecânicas, os ossos ficam sujeitos a diferentes tipos de esforços, como os de compressão, tração, flexão e torção. Como os implantes substituem os ossos, também suportam esses esforços, necessitando de boa resistência mecânica;

v. Processabilidade: Os materiais devem suportar bons níveis de deformação plástica, para que possam ser moldados em diferentes formas.

Tabela 1- Evolução da expectativa de vida no Brasil (IBGE).

ANO	EXPECTATIVA DE VIDA (ANOS)
1980	62,60
1990	66,57
2000	70,43
2010	73,40
2020	76,06
2030	78,23
2040	79,25
2050	81,29

Além das características supramencionadas, uma propriedade muito importante para a eficiência dos implantes é o módulo de elasticidade, que é uma medida da rigidez de um material, ou seja, da força de suas ligações químicas (CALLISTER, 2008). É necessário que o valor do módulo do implante seja o mais próximo possível do valor do módulo do osso (10-30 GPa) (HANADA *et al.*, 2005). A grande diferença entre os módulos faz com que haja uma má distribuição de esforços entre o implante e o osso, ocasionando a reabsorção óssea. Essa reabsorção pode tornar o osso mais fraco em virtude da perda contínua de tecido, que acontece pela diminuição da atividade metabólica e da falta de estímulos para a remodelação contínua que é necessária para manter a atividade óssea saudável (BIESIEKIERSKI *et al.*, 2012). De acordo com RACK e QAZI (2006), a

reabsorção óssea e o afrouxamento do implante são responsáveis por grande parte das cirurgias de revisão.

3.3. O titânio e suas ligas

As tentativas de restaurar os movimentos de pessoas acometidas por fraturas ósseas remetem ao início do século XIX. Foram utilizados diversos materiais até que por volta de 1926 foi introduzida a primeira liga de aço inoxidável. No entanto, os implantes falhavam rapidamente devido ao desgaste ocasionado pela fricção excessiva. Por esse motivo, o aço inoxidável foi substituído pela liga Cr-Co. Essa liga apresentava algumas vantagens em relação aos aços inoxidáveis, como maior resistência à corrosão e propriedades mecânicas superiores (RATNER *et al.*, 2004). Apesar disso, o problema com o desgaste persistiu por muito tempo. Foi então que se passou a utilizar polietileno como componente acetabular com a finalidade de reduzir o desgaste causado pelo atrito entre o implante e o osso. A figura 1 mostra uma prótese utilizada como substituição total da articulação do quadril. Essa é a forma mais utilizada até os dias de hoje (SOUZA, 2008).

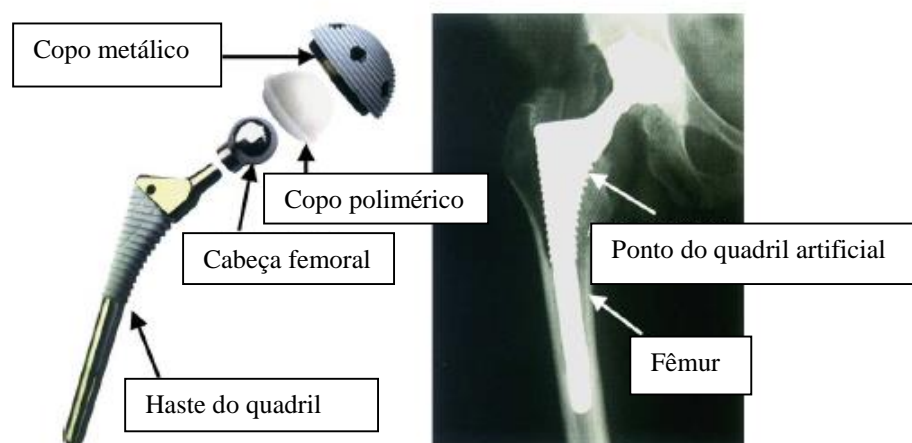


Figura 1 - Prótese utilizada como substituição total da articulação do quadril (adaptado de LIU *et al.*, 2004).

Mesmo com o aumento de resistência dos implantes promovido pela liga Cr-Co, uma questão que permanecia sem solução era em relação ao módulo de elasticidade dos implantes que continuava alto tanto para o aço inoxidável (210 GPa) quanto para a liga

Cr-Co (240 GPa) (GEETHA, 2009). Como solução para esse problema, passou-se a utilizar o titânio devido a um módulo de elasticidade menor que os materiais anteriormente utilizados (100 GPa). Além disso, o Ti tem um conjunto favorável de outras propriedades, como excelente resistência à corrosão, boa resistência mecânica, densidade menor em relação a outros materiais que lhe confere elevada relação resistência peso e boa conformabilidade (GRIZA *et al.*, 2014). Por essa razão, o titânio passou a substituir os outros materiais na produção dos implantes (NIINOMI *et al.*, 2012).

Uma característica muito importante do titânio é a transição de fases que ele sofre quando sua temperatura é elevada. Na temperatura ambiente o Ti tem estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), chamada de fase α , que permanece estável até 883 °C. Após essa temperatura, há uma transformação alotrópica para a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), denominada de fase β , que permanece estável até 1680 °C (DORAISWAMY e ANKEN, 2003). A temperatura em que ocorre a transformação de fases do Ti (882 °C) é conhecida por β -transus. A adição de outros elementos de liga ao Ti puro pode alterar a temperatura em que ocorre a transição, aumentando ou reduzindo-a. Elementos α -estabilizadores aumentam a temperatura de transformação, ampliando o campo de atuação da fase α . Dentre esses elementos encontram-se o Al, C, O e N (PETERS *et al.*, 2003). Os elementos β estabilizadores promovem um efeito contrário, diminuindo a β -transus. Assim, é possível a obtenção da fase β em temperaturas inferiores, até mesmo à temperatura ambiente. Dentre os elementos β estabilizadores destacam-se Nb, Mo, V, Ta entre outros (NIINOMI, 2008).

As ligas de Ti são classificadas em três tipos principais em função do tipo de elemento de liga adicionado: ligas do tipo α , do tipo β e do tipo $\alpha + \beta$ (SANDER e RAAB, 2008). A figura 2 mostra os diferentes diagramas de fases das ligas de Ti.

A transformação de fases que ocorre no Ti faz com que cada uma das estruturas cristalinas tenha características distintas com propriedades diferentes, possibilitando sua utilização em diversas aplicações. As ligas do tipo α têm excelente resistência mecânica e alto módulo de elasticidade, porém pouca conformabilidade, causada pela estrutura cristalina HC que tem apenas três sistemas de escorregamento, o que dificulta o deslizamento das discordâncias e, conseqüentemente, a deformação plástica (CALLISTER, 2008). A característica principal das ligas de Ti do tipo β é a boa conformabilidade que é ocasionada por sua estrutura CCC que possui um número maior de sistemas de escorregamento, facilitando a deformação plástica (ASKELAND e

PHULÉ, 2008). Além disso, o módulo de elasticidade das ligas do tipo β é menor do que o das ligas do tipo α .

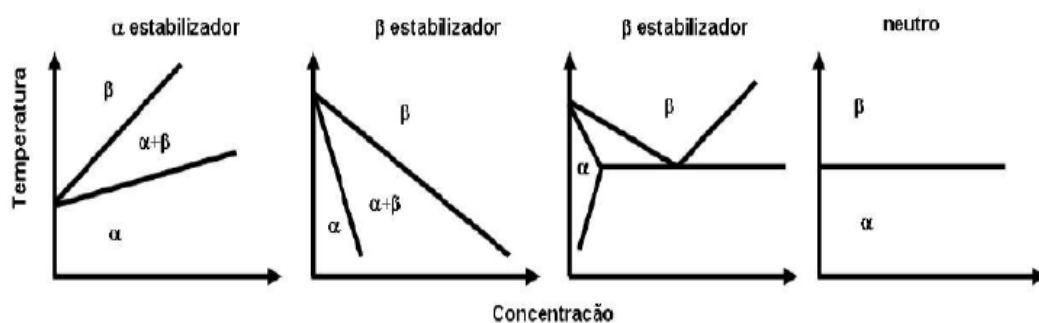


Figura 2-Diferentes diagramas de fases das ligas de Ti (PETERS *et al.*, 2003).

A tabela 2 mostra o módulo de elasticidade de algumas ligas de Ti. Verifica-se que o módulo das ligas do tipo α possuem valores maiores que 100 GPa, enquanto o das ligas do tipo β pode chegar a 55 GPa. Os elementos β estabilizadores promovem a expansão dos parâmetros de rede da célula unitária, diminuindo as forças de ligação entre os átomos. Como em aplicações ortopédicas a condição de baixo módulo é requerida, as ligas de Ti do tipo β se apresentam como boas opções para tais aplicações.

Tabela 2-Módulo de elasticidade de ligas de titânio (adaptado de LIU *et al.* 2004).

Liga	Microestrutura	Módulo de Elasticidade (GPa)
Ti	α	105
Ti-6Al-4V	$\alpha + \beta$	110
Ti-6Al-7Nb	$\alpha + \beta$	105
Ti-12Mo-6Zr-2Fe	β	74
Ti-35Nb-5Ta-7Zr	β	55

Devido à transformação alotrópica que ocorre no titânio, suas ligas são altamente suscetíveis a tratamentos térmicos. Esses tratamentos permitem a obtenção de diferentes propriedades dependendo da rota de tratamento aplicada. Um exemplo de tratamento térmico aplicado em Ti é a têmpera, que consiste em aquecer o material a temperaturas

acima da β -transus para que seja formada a fase β e em seguida resfriá-la rapidamente até a temperatura ambiente. Como não há difusão atômica para que seja formada a fase α , a fase β é mantida em baixas temperaturas (LÜTJERING, 2003). Outro objetivo dos tratamentos térmicos é induzir ou suprimir a formação das fases metaestáveis α' , α'' e ω . Essas fases surgem quando o equilíbrio térmico não é alcançado (MANTANI e TAJIMA, 2006). A estrutura cristalina das fases martensíticas α' e α'' depende da quantidade de elementos β -estabilizadores. Pequenas quantidades destes elementos permitem a formação da fase α' , com uma estrutura hexagonal levemente distorcida e que é formada com resfriamentos rápidos a partir do campo β . Quantidades maiores de β -estabilizadores promovem a formação da fase α'' que tem uma estrutura ortorrômbica e pode ser formada tanto pelo resfriamento rápido quanto pela deformação plástica (MA *et al.*, 2011). A fase ω geralmente é formada quando há resfriamento rápido a partir de temperaturas elevadas.

O módulo de elasticidade das ligas de Ti depende dos tipos de fases presentes em sua constituição. De acordo com ABDEL-HADY e NIINOMI (2013), a fase β tem o menor módulo dentre todas as fases do Ti, enquanto a martensita α'' tem um módulo menor que a martensita α' e a fase ω possui o maior valor de módulo. O controle das fases presentes nas ligas de Ti, com a utilização de diferentes rotas de tratamentos térmicos, pode ser um método eficiente de melhorar suas propriedades mecânicas e reduzir o seu módulo de elasticidade.

3.4. Ligas de Ti em aplicações biomédicas

Uma liga de Ti bastante utilizada como material para implantes ortopédicos a partir da década de 1960 foi a Ti-6Al-4V que foi projetada inicialmente para uso militar e aeroespacial e se tornou uma alternativa em relação ao Ti puro por promover aumento da resistência mecânica. Entretanto, os elementos Al e V são apontados como causadores de distúrbios neurológicos e de reações alérgicas (MARTINS *et al.*, 2008). Devido a isso, o uso dessa liga passou a não ser recomendado e tem-se buscado intensamente formas de substituí-la com eficiência, utilizando elementos biocompatíveis e que possam reduzir o módulo de elasticidade. As ligas de Ti do tipo β são adequadas para essa finalidade. GEETHA *et al.* (2009) apresentaram os módulos de elasticidade de diferentes ligas biomédicas (figura 3). Dentre as ligas mostradas, aquelas contendo os elementos Ti e Nb tiveram os menores módulos, indicando que as ligas com base no sistema Ti-Nb podem ser usadas de forma eficaz em implantes.

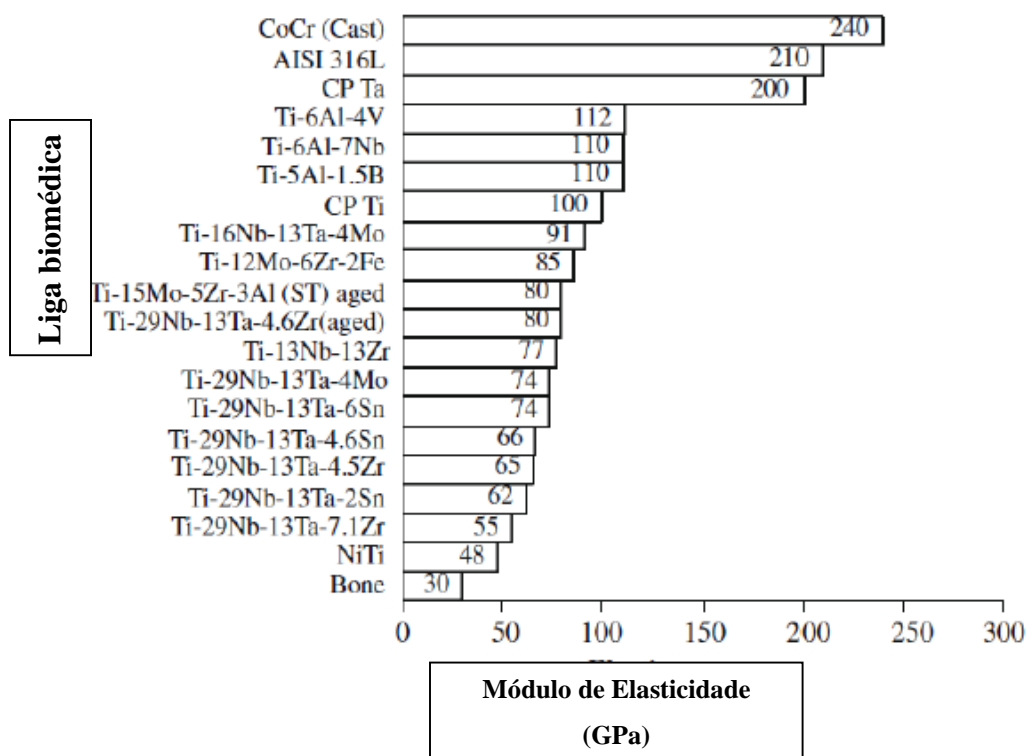


Figura 3-Módulo de elasticidade de ligas biomédicas (adaptado de GEETHA *et al.*, 2009).

3.5. Ligas de Ti-Nb

A tabela 3 apresenta as propriedades físico-químicas de alguns metais. O alumínio foi classificado como potencialmente necrótico e o níquel como tóxico, indicando que esses materiais não são propícios para uso em implantes ortopédicos. Os metais titânio e nióbio foram classificados como inertes, confirmando que esses materiais não causam efeitos nocivos ao corpo humano.

Tabela 3-Propriedades físico-químicas de alguns metais (EISENBARTH *et al.*, 2004).

Elemento	Óxido mais Estável	Solubilidade	ΔH por mol de óxido formado (kcal/mol)	ϵ	Biocompatibilidade
Al	Al_2O_3	15	400	5-10	Potencialmente necrótico
Nb	Nb_2O_5	20	189	280	Inerte
Mo	MoO_3	4	139	n.a.	n.a.
Ni	NiO	-12	57	n.a.	Tóxico
Ta	Ta_2O_5	20	489	12	Inerte
Ti	TiO_2	18	225	110 (Rutilo)	Inerte
Zr	ZrO_2	6	259	10-18	Inerte

n.a. = não avaliado.

Como os elementos Ti e Nb são biocompatíveis, sua utilização como materiais biomédicos é recomendada. Além disso, o Nb é apontado como um elemento estabilizador da fase β do Ti. A figura 4 mostra um diagrama de fases do sistema Ti-Nb, onde é possível verificar que quanto maior a quantidade de Nb presente na liga, menor a temperatura de transição de fases e maior o campo de estabilidade da fase β . As ligas de Ti do tipo β são promissoras para o uso em implantes ortopédicos devido ao módulo de elasticidade inferior em relação ao Ti puro e às ligas do tipo α , alta resistência à corrosão e mínima citotoxicidade (HANADA *et al.*, 2005). Outro fator que deve ser levado em consideração é que o Brasil é o maior produtor mundial de Nb (LOPES, 2009), o que pode possibilitar a obtenção de ligas do sistema Ti-Nb a um custo reduzido.

Apesar da liga Ti-Nb possuir um valor de módulo de elasticidade mais reduzido quando comparado ao Ti puro, esse valor ainda é alto em comparação com o módulo do osso (KIM *et al.*, 2006). Por essa razão, têm sido realizados diversos estudos adicionando-se outros elementos à liga Ti-Nb com o intuito de reduzir seu módulo. Elementos como Ta, Mo, Zr, Sn e Si têm sido utilizados com essa finalidade (GUO *et al.*, 2010). Ligas como Ti-13Nb-13Zr, Ti-35Nb-5Ta-7Zr, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr foram estudadas. Trabalhos realizados adicionando Sn à liga Ti-Nb obtiveram redução do módulo para algumas composições.

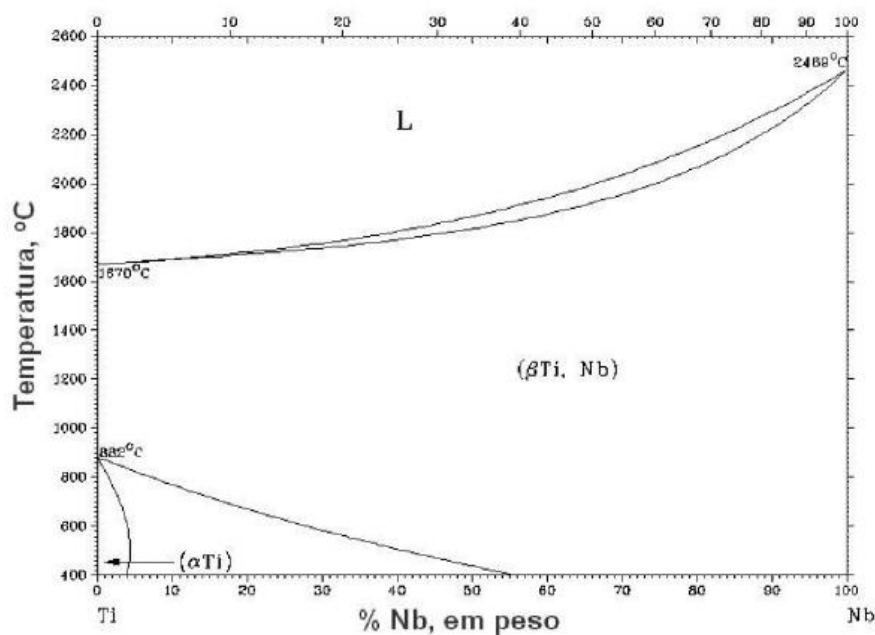


Figura 4-Diagrama de fases do sistema Ti-Nb (SOUZA, 2007).

A figura 5 mostra a variação do módulo de elasticidade de ligas Ti-Nb com a adição de diferentes quantidades de estanho. Para a liga Ti-45%Nb-x%Sn o módulo aumentou conforme a quantidade de estanho foi elevada. Para a liga Ti-40%Nb-x%Sn o módulo diminuiu com a adição de 2% de Sn e para quantidades maiores teve acréscimos. Esses resultados mostraram que o Sn pode atuar reduzindo o módulo em ligas de Ti-Nb, indicando que outros elementos poderiam causar efeitos parecidos.

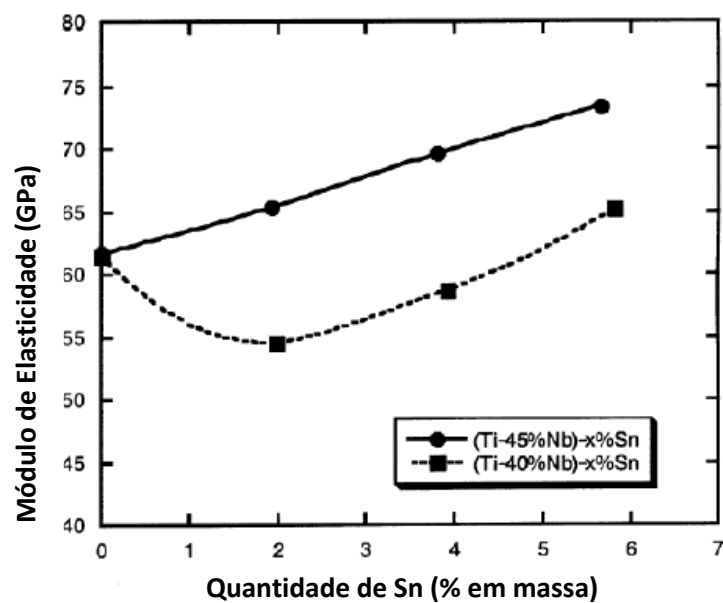


Figura 5-Variação do módulo da liga Ti-Nb com a adição de Sn (HANADA et al., 2005).

3.6. Ligas de Ti-Nb-Si

A figura 6 apresenta a variação do módulo de elasticidade da liga Ti-26Nb (% em átomos) com o aumento da quantidade de Si. É possível verificar que o módulo da liga contendo apenas Ti e Nb é em torno de 68 GPa e à medida em que foram adicionados 0,5; 0,75 e 1,0% de Si o módulo diminuiu, indicando que este elemento atuou reduzindo o módulo da liga Ti-Nb. Porém, para quantidades maiores que 1,0% de Si, o módulo cresceu.

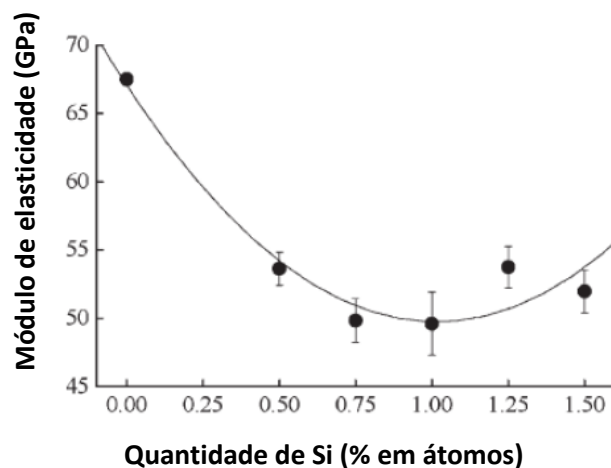


Figura 6-Modificação do módulo de elasticidade da liga Ti-26Nb com a adição de Si (adaptado de KIM *et al.*, 2006).

Os mecanismos referentes à influência do Si no módulo da liga Ti-Nb permanecem em aberto. O Si age como supressor da fase ω do Ti, que é extremamente dura e tende a aumentar o módulo de elasticidade (KIM *et al.*, 2006). Dessa forma, quanto menor a quantidade de ω , menor o módulo de elasticidade do Ti. Por outro lado, a solubilidade do Si no Ti é muito limitada e podem ser formados compostos intermetálicos mesmo com pequenas concentrações de Si, conforme mostrado na figura 7 (GENG *et al.*, 2009). Esses compostos formados tendem a aumentar o módulo de elasticidade do Ti.

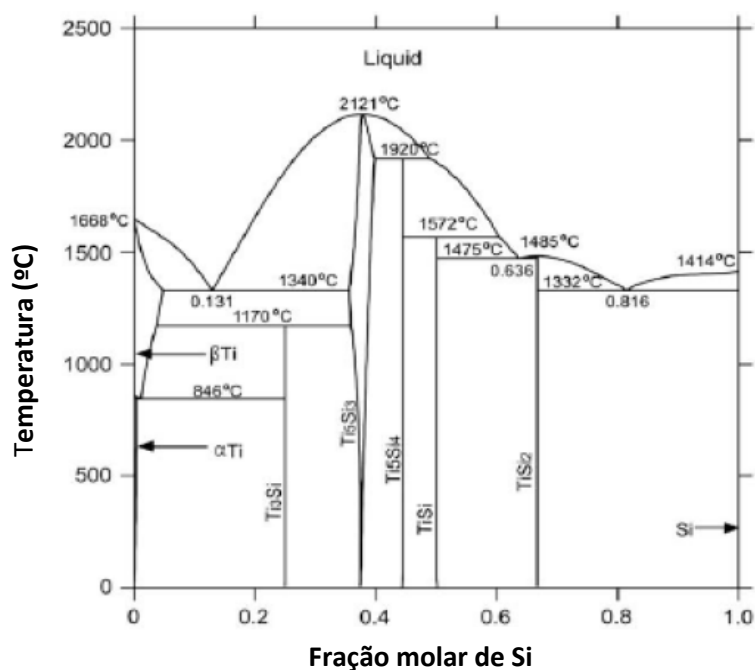


Figura 7-Diagrama de fases do sistema Ti-Si (adaptado de GENG *et al.*, 2009).

Outro aspecto importante relacionado ao silício é que esse elemento é apontado como refinador dos grãos do Ti (BERMINGHAN *et al.*, 2008). Essa é uma característica importante, porque quanto menores forem os tamanhos dos grãos de um material, maior será a sua resistência mecânica, já que grãos menores proporcionam mais contornos de grão que agem como barreira ao movimento das discordâncias.

3.7. Tratamentos termomecânicos

Ligas de Ti do tipo β são altamente suscetíveis a tratamentos térmicos e mecânicos. Através desses tratamentos, é possível alterar as propriedades dos materiais, tornando-as mais adequadas para determinadas aplicações.

3.7.1. Deformação a frio e recristalização

Uma forma simples e eficiente de aumentar a resistência mecânica de um material é através do encruamento. Quando um material é deformado plasticamente a frio, entre 2 e 10 % da energia utilizada na deformação ficam armazenados na microestrutura na forma de discordâncias e outros defeitos (PADILHA e SICILIANO, 1996). Quanto maior for a quantidade de trabalho a frio sofrida por um material, maior será a sua resistência mecânica. Como a deformação plástica de um material está associada ao movimento das discordâncias, uma densidade maior de discordâncias dificulta esses movimentos, fazendo com que a força necessária para deformar um material aumente (CALLISTER, 2008).

A ductilidade de um material diminui à medida que o seu nível de encruamento aumenta. Em função disso, um material muito encruado pode se tornar frágil devido à sua pouca ductilidade. Para resolver esse problema, pode-se utilizar o tratamento térmico de recozimento, que consiste em aquecer um material deformado a frio para aliviar as tensões provenientes da deformação (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). A figura 8 mostra as variações da resistência mecânica e da ductilidade com o recozimento de uma liga de bronze deformada a frio. À medida que a temperatura é elevada, a resistência mecânica diminui e a ductilidade aumenta. O tratamento térmico de recozimento

apresenta três estágios diferentes: recuperação, recristalização e crescimento de grão, conforme mostrado na figura 8.

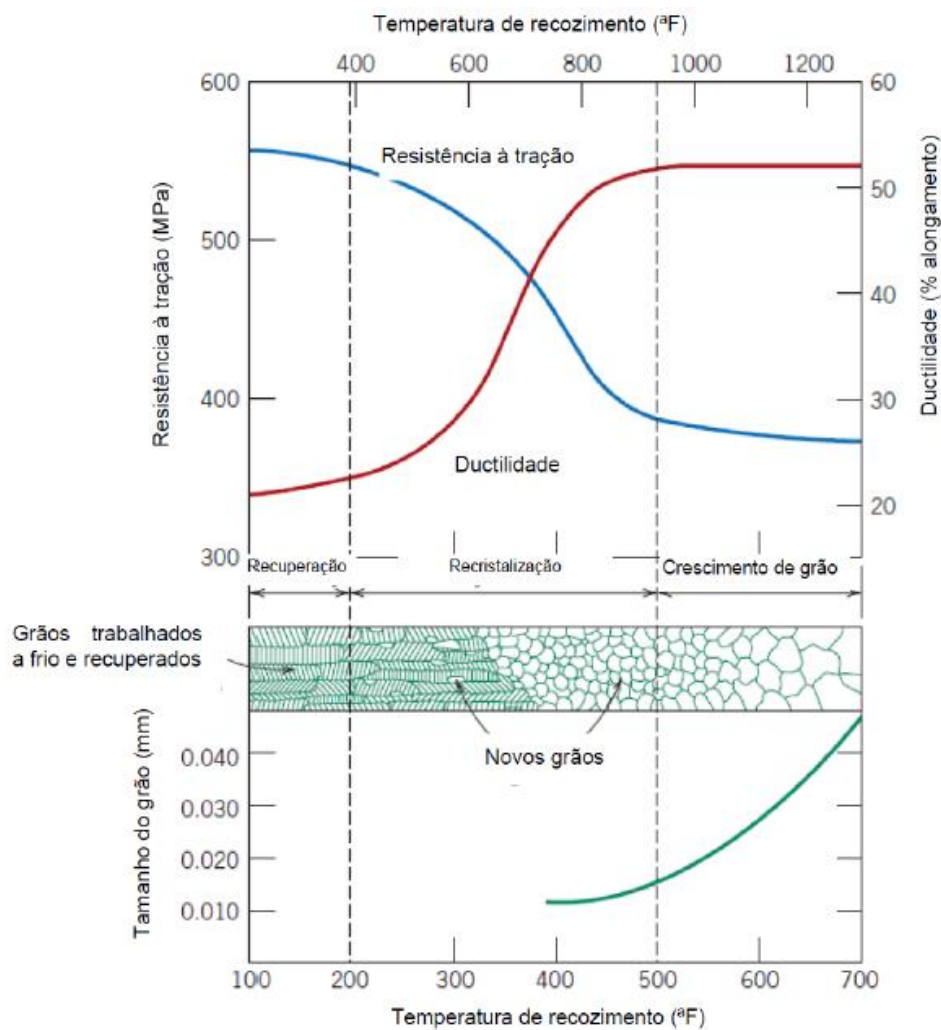


Figura 8-Variações da resistência mecânica e da ductilidade com o recozimento de uma liga de bronze deformada a frio (adaptado de CALLISTER, 2008).

A recuperação acontece em temperaturas menores e não altera o número de discordâncias. As propriedades mecânicas permanecem as mesmas do material deformado, porém acontece um alívio das tensões residuais por conta do rearranjo das discordâncias (ASKELAND e PHULÉ, 2008). No segundo estágio, a recristalização, são formados novos grãos isentos dos defeitos de deformação. Essa etapa acontece em temperaturas mais elevadas que a recuperação porque é necessária uma maior energia para formação dos novos grãos. A temperatura de recristalização de um material é definida como a temperatura na qual ele recristaliza completamente no intervalo de uma

hora e depende de alguns fatores como nível de deformação, tamanho de grão inicial e composição do material. Ao final da recristalização, as propriedades anteriores à deformação são totalmente recuperadas (PADILHA e SICILIANO, 1996).

Quando o material encruado continua sendo aquecido após o término do processo de recristalização, ocorre a última etapa do processo de recozimento: o crescimento de grão. Nesse estágio as propriedades mecânicas do material são reduzidas, já que quanto maiores os grãos de um material, menor a quantidade de contornos de grão que agem como barreira ao movimento das discordâncias (CALLISTER, 2008). Os processos de deformação a frio e recozimento permitem adequar as propriedades de um material de acordo com a aplicação à qual ele será submetido.

Como os materiais para implantes ortopédicos necessitam de uma combinação de resistência mecânica e ductilidade, esses tratamentos podem ser utilizados para tal finalidade. Isso é possível deformando-se o material a frio para aumentar sua resistência mecânica e depois o aquecendo a uma temperatura compreendida entre as temperaturas de início e fim da recristalização para recuperar parte da ductilidade. É necessário que o processo de recristalização não chegue ao fim, pois, caso isso ocorra, as propriedades serão totalmente recuperadas e o ganho de resistência obtido com a deformação será perdido.

3.7.2. Prensagem em Canais Equiangulares (ECAP)

Diversos processos de deformação plástica severa estão sendo desenvolvidos com a finalidade de fabricar materiais com grãos ultrafinos e com isso aumentar significativamente suas propriedades mecânicas (QARNI *et al.*, 2017). Segundo HAJIZADEH *et al* (2005), técnicas de deformação severa permitem a obtenção de materiais com grãos que vão de ultrafinos ($< 1\mu\text{m}$) até nanométricos ($< 100\text{nm}$).

O método de deformação por prensagem em canais equiangulares (Equal Channel Angular Pressing - ECAP), quando comparado a outros métodos tradicionais de deformação severa, como forjamento ou laminação, permite que grandes deformações plásticas uniformes sejam impostas repetidamente nas amostras sem redução da área da seção transversal (LIN *et al.*, 2013). Esse método consiste em forçar uma peça através de dois canais com dimensões iguais que se interceptam, formando um ângulo entre si. Quando a amostra passa através da interseção dos dois canais, é submetida a um

cisalhamento enquanto mantém a área da seção transversal original. A amostra normalmente é passada diversas vezes através dos canais até que seja obtido o nível de deformação plástica desejado (QARNI *et al.*, 2017). A figura 9 mostra a representação esquemática do processo de ECAP.

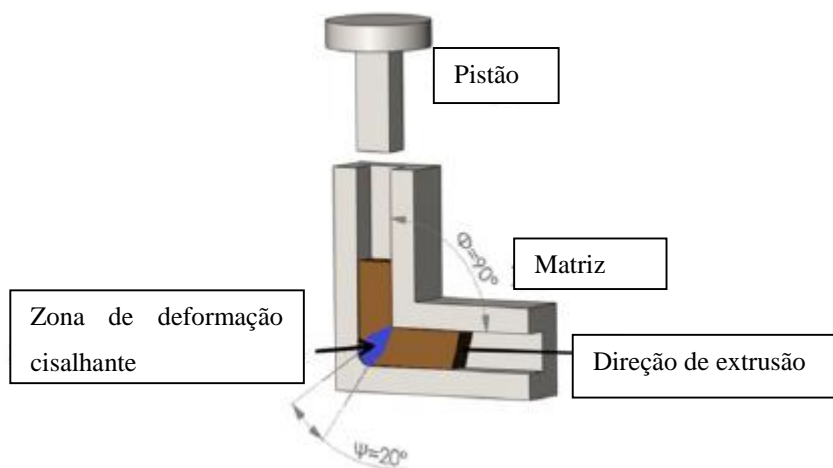


Figura 9-Representação esquemática do processo de ECAP (adaptado de LIN *et al.*, 2013).

Algumas variáveis exercem forte influência sobre o processo de ECAP. Dentre essas variáveis pode-se destacar quatro principais: quantidade de passes, rotas de processamento, ângulos de processamento e temperatura de prensagem (COLOMBO, 2010).

A quantidade de passes indica quantas vezes a amostra escoa pelo canal da matriz durante um processo de ECAP. É uma das variáveis que mais exercem influência sobre as propriedades dos materiais processados via ECAP. Quanto maior o número de passes, maior o nível de deformação cisalhante imposto a um material (NASERI *et al.*, 2017).

A rota de processamento refere-se à forma como a amostra reinserida na matriz após cada passe. Várias rotas de processamento que controlam e alteram a orientação das amostras entre os passes durante o processo de multipasses foram desenvolvidas e estudadas por causa do seu efeito na microestrutura e na textura (COLOMBO, 2010). A distinção entre essas rotas é importante porque cada rota tem uma característica de cisalhamento diferente e, portanto, cada uma produz diferentes padrões de deformação, com diferentes efeitos nos mecanismos de refinamento dos grãos (QARNI *et al.*, 2017). As rotas principais rotas de ECAP utilizadas na literatura são A, B_A, B_C e C, conforme mostrado na figura 10. Na rota A, não há rotação em torno do eixo da peça após cada peça. Na rota B_A, após cada passe a amostra gira 90° alternando os sentidos horário e anti-

horário. Na rota B_C a amostra gira a 90° sempre no mesmo sentido, enquanto na rota C o giro ocorre em 180°.

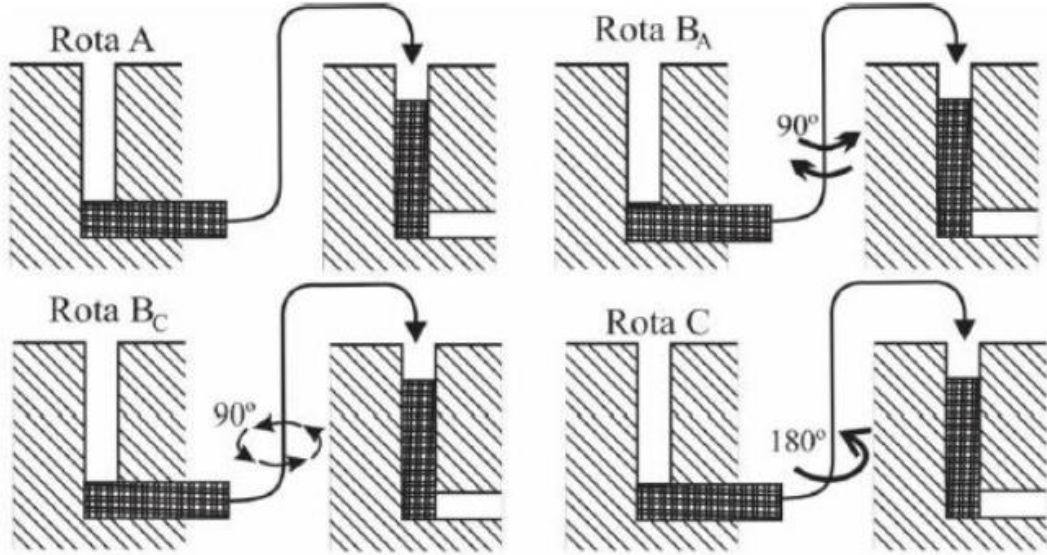


Figura 10 - Diferentes rotas de processamento ECAP (ADEDOKUN, 2011).

No processamento via ECAP, os ângulos da matriz - ângulo do canal (θ) e do ângulo de curvatura (Ψ) - também exercem grande influência no nível de deformação. A deformação equivalente em um processo de ECAP após N passes pode ser calculada através da equação 1 (NASERI *et al.*, 2017).

$$\varepsilon_{eq} = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\varphi + \psi}{2} \right) + \psi \csc \left(\frac{\varphi + \psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

De acordo com NASERI *et al.* (2017), o titânio e suas ligas, assim como outros metais com estrutura hexagonal compacta, têm uma grande dificuldade para realizar deformação plástica à temperatura ambiente. Por esse motivo, esses materiais precisam ser processados por ECAP a temperaturas relativamente altas, isto é, entre 200 e 600 °C.

4. REVISÃO DE LITERATURA

Devido à sua grande importância tecnológica, há na literatura uma grande quantidade de trabalhos relacionados com a produção, desenvolvimento e melhoria das propriedades das ligas de titânio.

4.1. Produção de ligas de Ti

Grande parte dos trabalhos publicados na literatura utilizou o processo de fusão a arco para a produção das ligas de Ti. Esse processo consiste na fusão completa de todos os elementos da liga (BIESIEKIERSKI *et al.*, 2012). Por causa da grande reatividade do Ti com a atmosfera em temperaturas a partir de 300 °C, o processo deve ser realizado com um escudo de gás protetivo. Os gases argônio ou hélio com alta pureza (99,99 %) são utilizados para garantir a proteção necessária (PETERS e LEYENS, 2003). As amostras são refundidas algumas vezes para garantir a completa fusão de todos os elementos. Em seguida, utiliza-se o tratamento térmico de homogeneização para eliminar as heterogeneidades composicionais oriundas do processo de fusão.

GUO *et al.* (2012) produziram ligas de Ti-Nb e Ti-Nb-Sn por fusão a arco sob atmosfera de argônio a partir de elementos com alta pureza (Ti e Nb com 99,9% e Sn com 99,8%). Os lingotes foram refundidos seis vezes e em seguida foram homogeneizadas a 1000 °C por 5 horas em atmosfera de argônio.

No trabalho de TAHARA *et al.* (2013) foram produzidos lingotes de Ti-26Nb e (Ti-26Nb)-1,0X (% atômico) pelo método de fusão a arco, usando Ti (99,9%), Nb (99,9%) e pó de TiO₂ (99,9%). Posteriormente, os lingotes foram homogeneizados a 1000 °C por 2 horas em um tubo de quartzo em vácuo.

TOBE *et al.* (2013) fabricaram lingotes de Ti-20Nb e Ti-23Nb (% atômico) usando o método de fusão a arco com atmosfera controlada de argônio. Em seguida, os lingotes foram homogeneizados a 1000 °C por duas horas em tubo de quartzo em vácuo.

4.2. Tratamentos termomecânicos em ligas de Ti

As propriedades das ligas de titânio são altamente dependentes das suas composições e dos tratamentos térmicos e mecânicos aplicados. Em virtude disso, podem ser encontrados na literatura diversos trabalhos relacionados com esses temas e com as

transformações de fases que eles promovem. O levantamento bibliográfico realizado nesta tese visou englobar algumas das variáveis envolvidas nos processos termomecânicos e a sua influência nas propriedades das ligas. Dentre essas variáveis pode-se destacar: temperatura de deformação (a quente ou a frio), tipo de deformação (laminação, forjamento ou ECAP), taxa de deformação, nível de deformação e temperatura de recozimento.

CABRAL (2013) fez um trabalho relacionado com os processos de deformação a frio e recristalização em ligas de Ti-Nb-Si. Inicialmente, foram estudadas ligas com três diferentes composições: Ti-35Nb-0,15Si; Ti-35Nb-0,35Si e Ti-35Nb-0,55Si (percentual em massa). Essas ligas foram deformadas a frio por compressão com o auxílio de uma matriz e foi verificado que a liga com 0,15% de silício apresentou uma maior ductilidade. Posteriormente, essa liga foi recozida nas temperaturas de 600, 700 e 800 °C pelo período de uma hora. Os resultados de DRX da liga antes da deformação mostraram apenas picos referentes à fase β , enquanto após a deformação foram visualizados também picos da fase α'' . O processo de deformação ocasionou aumento na microdureza da liga estudada. O processo de recozimento nas diferentes temperaturas levou ao alívio das tensões residuais, diminuição na quantidade da fase α'' e recuperação da ductilidade perdida após o processo de deformação. Entretanto, foi verificado que nenhuma das temperaturas utilizadas no recozimento foi suficiente para que o processo de recristalização fosse concluído.

No trabalho de GUO *et al.* (2015), foram utilizados tratamentos termomecânicos em ligas binárias de Ti-Nb com a finalidade de obter materiais com baixo módulo de elasticidade e alta resistência mecânica. Foram produzidas ligas com composição Ti-38Nb (% em massa) que depois foram homogeneizadas a 900 °C por 6 horas. Em seguida, os lingotes homogeneizados foram forjados a quente na temperatura de 800 °C até a espessura de 8 mm. Os lingotes forjados foram solubilizados na temperatura de 800 °C pelo período de uma hora com posterior resfriamento em água até a temperatura ambiente. Após o resfriamento em água, as ligas foram laminadas a frio até a espessura de 1,0 mm, gerando uma redução na espessura de aproximadamente 88%. Finalmente, essas amostras foram envelhecidas a 400 °C por 40 minutos e depois resfriadas em água. A análise de DRX mostrou que a liga forjada a quente e solubilizada a 800 °C por uma hora induziu a transformação martensítica de β para α'' . Os autores associaram a presença da fase martensítica α'' à pouca quantidade de Nb, de 38% (% em massa), já que investigações prévias mostraram que somente quando a quantidade de Nb excede 42% (% em massa) na liga binária Ti-Nb resfriada em água é que a fase β pode ser completamente retida à

temperatura ambiente. Nas ligas laminadas a frio seguidas de envelhecimento não foram identificados picos referentes à fase α'' , indicando que a fase β possui maior estabilidade nas amostras nessa condição do que nas amostras forjadas a quente e solubilizadas. As curvas de tensão x deformação obtidas a partir de ensaios de tração levaram os autores a concluir que a liga Ti-38Nb forjada a quente e solubilizada não é adequada para o uso em implantes ortopédicos por conta do seu baixo limite de escoamento, figura 11 (a). A liga laminada a frio e envelhecida obteve um limite de escoamento de aproximadamente 850 MPa e limite de resistência à tração de aproximadamente 1020 MPa, conforme mostrado na figura 11 (b). Além disso, a liga nessa condição apresentou um módulo de elasticidade de 56 GPa, indicando que pode ser utilizada como material para fabricação de próteses ortopédicas por conta da excelente combinação de baixo módulo de elasticidade e alta resistência mecânica.

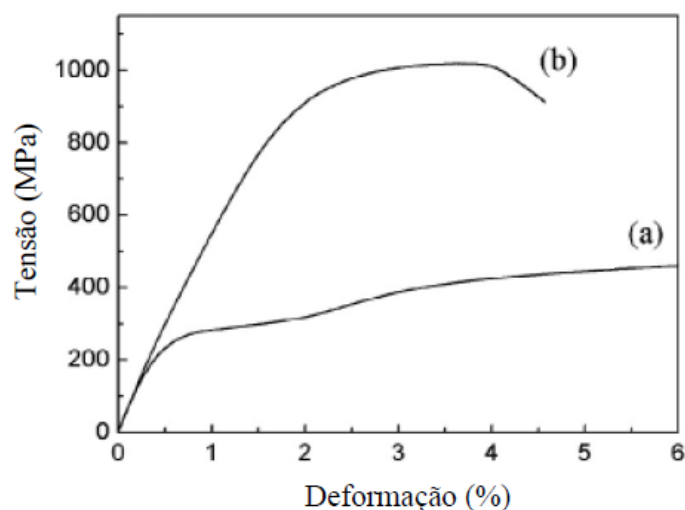


Figura 11-Curvas tensão x deformação da liga Ti-38Nb: (a) forjada a quente e solubilizada, (b) laminada a frio seguida de envelhecimento (GUO *et al.*, 2015).

No estudo de TAVARES *et al.* (2015) foi verificada a influência da adição de Si na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb. Lingotes das ligas Ti-35Nb, Ti-35Nb-0,15Si, Ti-35Nb- 0,35Si e Ti-35Nb-0,55Si (% em massa) foram produzidos em forno de fusão a arco sob atmosfera de argônio, homogeneizados a 1000 °C por 8 horas e laminados a quente a 1000 °C para obter placas com 4 mm de espessura. Finalmente, as placas foram aquecidas a 1000 °C por 1 hora e depois resfriadas em três diferentes condições: forno, ar e água. Os resultados obtidos permitiram concluir que o

aumento da quantidade Si na liga Ti-35Nb nas diferentes condições de resfriamento ocasionou maior estabilidade da fase β , levando à diminuição dos precipitados da fase ω , refinamento dos grãos, redução no módulo de elasticidade e aumento na dureza e na resistência à tração.

CHANG *et al.* (2016) investigaram a transformação martensítica induzida por deformação em ligas binárias de Ti-Nb. Foram produzidas ligas com as composições Ti-20Nb e Ti-30Nb (% atômico) em forno de fusão a arco que em seguida foram homogeneizadas a 1000 °C por 1 hora e resfriadas em forno. As amostras foram laminadas a frio com redução de 90% de espessura e após esse processo foram submetidas ao tratamento térmico de solubilização nas temperaturas de 750, 850 e 950 °C pelo período de 1 hora e posterior resfriamento em água. A análise através de microscopia óptica da liga Ti-20Nb solubilizada nas diferentes temperaturas permitiu identificar placas da fase martensita α'' nucleadas e distribuídas de forma homogênea no interior dos grãos da fase β . Foi verificado o aumento no tamanho dos grãos da liga com a elevação da temperatura de solubilização, obtendo-se tamanhos de 55 μm , 114 μm e 162 μm , respectivamente para as temperaturas de 750 °C, 850 °C e 950 °C. A liga Ti-30Nb apresentou microestrutura formada somente por grãos da fase β , que também tiveram aumento nas diferentes temperaturas de tratamento (51 μm , 60 μm e 65 μm). Esses resultados mostraram que o tamanho dos grãos β foi levemente influenciado pela temperatura de solubilização na liga Ti-30Nb, enquanto na liga Ti-20Nb esse efeito foi mais significativo. De acordo com os autores, os solutos exercem grande influência na mobilidade dos contornos de grão e também na taxa de crescimento dos grãos recristalizados. Os átomos de soluto podem ser atraídos para os contornos de grão, induzindo uma força de arrasto sobre o seu movimento. Portanto, o aumento na quantidade de Nb elevou a resistência ao crescimento do grão, resultando na pouca influência da temperatura de solubilização sobre o tamanho dos grãos. A análise de DRX confirmou a presença das fases β e α'' na liga Ti-20Nb solubilizada nas diferentes temperaturas, enquanto para a liga Ti-30Nb foram identificados apenas picos referentes à fase β .

LIANG *et al.* (2016) estudaram um novo tipo de liga de Ti do tipo β com baixo módulo de elasticidade e plasticidade favorável para implantes ortopédicos. Foram produzidas ligas com composição Ti-31Nb-6Zr-5Mo (% em massa) em um forno de fusão a arco que posteriormente foram aquecidas a 600 °C por 15 minutos e laminadas na forma de placas com espessura de 4 mm. As amostras foram imediatamente resfriadas em água após a laminação. A deformação total foi de aproximadamente 75%. Após a laminação a

quente, as amostras foram tratadas termicamente e esse tratamento consistiu em três etapas: tratamento de solubilização a 800 °C por 30 minutos, resfriamento em água e envelhecimento a 300 °C por 2 horas. A análise das posições dos picos de difração de raios X mostrou que tanto nas amostras laminadas a quente quanto nas tratadas termicamente foi identificada somente a fase β . As curvas de tensão x deformação mostraram que as amostras nas duas condições estudadas possuem alta resistência mecânica, plasticidade favorável em termos de alongação e baixo módulo de elasticidade, já que a liga na condição laminada a quente obteve 610 MPa de limite de escoamento, 26,7% de alongação e 44 GPa de módulo, enquanto na liga tratada termicamente esses valores foram 712 MPa, 20,6% e 48 GPa. Os resultados obtidos permitiram aos autores concluir que a liga estudada tem módulo de elasticidade mais próximo do módulo do osso e melhor plasticidade quando comparada com outros materiais tipicamente utilizados como implantes, indicando que essa liga tem um grande potencial para aplicações ortopédicas.

NING *et al.* (2015) estudaram a competição entre recuperação e recristalização dinâmicas durante a deformação a quente da liga Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe. A liga produzida foi termicamente tratada a 800 °C por 1 hora para promover maior homogeneidade. Em seguida, foram retirados cilindros com 8 mm de diâmetro e 12 mm de altura que foram submetidos a testes de compressão isotérmica em seis diferentes temperaturas (800, 820, 840, 860, 880 e 900 °C) e seis diferentes taxas de deformação (0,0005; 0,001; 0,01; 0,1; 1 e 10 s⁻¹). O nível final de deformação foi 80%. Após cada experimento, as amostras foram imediatamente resfriadas em água gelada para manter a microestrutura deformada. As análises realizadas mostraram que a microestrutura da liga antes da deformação era constituída por grãos equiaxiais da fase α distribuídos na matriz da fase β . De acordo com os autores, a forma mais direta e precisa de avaliar a ocorrência de recuperação ou recristalização dinâmica é através da observação da microestrutura após a deformação. A presença de grãos equiaxiais e arredondados na porção deformada deve ser considerada como um significativo sinal de recristalização dinâmica. As características da recristalização dinâmica ficaram mais evidentes nas amostras com menores taxas de deformação, com a desintegração da fase α primária e formação de novos grãos equiaxiais. Taxas de deformação intermediárias produziram microestruturas indicando a coexistência de recuperação e recristalização dinâmicas.

No trabalho de BOBBILI e MADHU (2016), foi avaliado o comportamento da recristalização dinâmica da liga biomédica Ti-13Nb-13Zr (% em massa). As ligas foram

preparadas usando o processo de fusão a arco. Amostras cilíndricas com 10 mm de diâmetro e 15 mm de altura foram produzidas para a realização de ensaios de compressão a quente. As amostras foram aquecidas a 1250 °C e então resfriadas até a temperatura de teste. Os testes foram realizados nas temperaturas de 900, 950, 1000 e 1050 °C, com taxas de deformação de 0,001/s; 0,01/s; 0,1/s e 1/s. As amostras foram comprimidas até uma deformação de 80% e imediatamente resfriadas em água gelada para reter a microestrutura deformada. As curvas de tensão x deformação verdadeiras mostraram que o limite de escoamento aumentou com a elevação da taxa de deformação e diminuiu com o aumento da temperatura. A análise microestrutural mostrou que para temperaturas menores e taxas de deformação inferiores a 0,1; uma pequena quantidade de grãos recristalizados foi observada ao redor dos contornos. Quando a temperatura de deformação aumentou para 1050 °C, foi observada uma maior quantidade de grãos deformados transformados em microestruturas recristalizadas, com grãos de tamanho e forma constantes.

No estudo de TOBE *et al.* (2013) foi avaliado o efeito da quantidade de Nb no comportamento sob deformação e no efeito de memória de forma de ligas de Ti-Nb. Foram produzidas ligas com composição Ti-20Nb e Ti-23Nb (% atômico), em forno de fusão a arco sob atmosfera controlada de argônio que em seguida foram homogeneizados a 1000 °C por 2 horas. Os lingotes homogeneizados foram laminados a frio com redução de 98,5% na espessura. As análises de difração de raios X mostraram que em ambas as amostras foram identificados apenas picos referentes à fase martensítica α'' após a laminação a frio, o que já era esperado por conta do alto nível de deformação aplicado. Entretanto, as posições dos picos 2θ foram levemente diferentes nas duas ligas estudadas, indicando que os parâmetros de rede da fase α'' são diferentes para cada uma. Foram realizados ensaios de tração nas ligas, nos quais a carga foi aplicada até a deformação de 2,5% e depois removida. As amostras foram aquecidas após a remoção da carga para investigar a recuperação da forma induzida pelo aquecimento. Uma total recuperação da forma foi observada na liga Ti-23Nb, enquanto a liga Ti-20Nb exibiu uma recuperação incompleta. Além disso, foi visto que o limite de escoamento da liga Ti-20Nb foi maior que o da liga Ti-23Nb.

ZHAN *et al.* (2016) avaliaram a resposta dinâmica de uma liga de Ti-Nb a altas taxas de deformação e em diferentes temperaturas. Foi produzida a liga Ti-25Nb-3Zr-3Mo-2Sn (% em massa), que depois foi homogeneizada a 1000 °C por 1 hora com posterior resfriamento em água. O comportamento mecânico dinâmico da liga foi

avaliado nas temperaturas de 20, 300 e 600 °C. O limite de escoamento aumentou quando a temperatura subiu de 20 para 300 °C e foi drasticamente reduzido quando a temperatura foi 600 °C. A análise microestrutural mostrou que antes da deformação a liga é composta somente pela fase β , com célula unitária cúbica de corpo centrado e grãos equiaxiais com tamanho médio de aproximadamente 22 μm . Através da técnica de difração de raios X, foram identificados picos referentes à fase α'' na amostra deformada a 20 °C, indicando que a presença dessa fase foi ocasionada pela deformação. Nas amostras deformadas a 300 e 600 °C foram identificados apenas picos da fase β , porém a intensidade dos picos foi diferente, indicando que a evolução da textura da liga é influenciada pela temperatura.

LIN *et al.* (2013) avaliaram a evolução da microestrutura e as propriedades mecânicas da liga biomédica Ti-35Nb-3Zr-2Ta processada por ECAP. Amostras da liga estudada foram processadas por ECAP nas temperaturas de 500, 600 e 700 °C em 1, 2 e 4 passes para cada temperatura. A análise de microscopia óptica mostrou que a liga no estado solubilizado é formada por grãos equiaxiais com tamanho de 80-120 μm . Após o primeiro passe, as amostras processadas a 600 e 700 °C ainda exibiram microestrutura equiaxial com tamanho de grão de aproximadamente 30 μm . Entretanto, a microestrutura da amostra processada a 500 °C não pode ser obtida por conta da alta tensão interna causada pela grande quantidade de discordâncias. Além disso, um grande número de bandas de cisalhamento foi visualizado no interior dos grãos após o primeiro passe na temperatura de 600 °C. A análise de difração de raios X mostrou que a liga solubilizada foi composta apenas por picos da fase β . Após o processamento por ECAP, somente a fase β continuou sendo verificada após o primeiro passe, indicando que a liga estudada ainda retém a boa estabilidade da fase β após o primeiro passe. Em contrapartida, após o segundo e quarto passes, a fase dominante β e a martensita α'' foram identificadas. De todas as amostras analisadas, aquelas submetidas a 4 passes a 500 °C obtiveram os melhores resultados, exibindo um limite de resistência à tração de 765 MPa, ductilidade de 16% e módulo de elasticidade de aproximadamente 59 GP, que os autores consideraram é uma boa combinação de propriedades para aplicações biomédicas. Entretanto, o módulo de elasticidade ainda ficou muito distante do módulo do osso (30 GPa).

No trabalho de SONG *et al.* (2012), foi avaliado o efeito da segunda fase nas propriedades mecânicas e na transformação martensítica de ligas de Ti-Ni e Ti-Mo deformadas por ECAP. O processo de ECAP foi realizado nas temperaturas de 400 e 500 °C, através da rota BC (as amostras foram giradas 90° no sentido horário em cada passe).

Os autores verificaram que para as ligas de Ti-Ni há uma nova dissolução de precipitados metaestáveis de Ti_3Ni_4 durante o processo ECAP. Com o aumento do número de passes, a temperatura de transformação martensítica diminui gradualmente. Para a liga Ti-9,8Mo-3,9Nb-2V-3,1Al, a plasticidade diminui drasticamente após um passe no ECAP em 400 °C, devido ao acúmulo de discordâncias e à formação da fase α'' . Após duas passagens no ECAP, a plasticidade foi completamente perdida. Esses resultados mostraram que essa liga é menos suscetível à deformação por ECAP do que as ligas de Ti-Ni.

Resultados semelhantes foram obtidos por POLYAKOVA *et al.* (2017), que avaliaram a influência da orientação do contorno de grão nas propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-7Nb processada por ECAP. A liga estudada foi tratada termicamente a 985 °C por 1 hora, resfriada em água e então recozida 750 °C por 4 horas para a formação de uma estrutura duplex (equiaxial-lamelar). O processo de ECAP foi realizado a 600 °C, usando a rota BC em uma matriz com ângulo de interseção entre os canais de 120 °C, com número de passes de 1 a 6. Os tamanhos dos grãos após 4 e 6 passes foram similares e os valores encontrados foram 350 e 330 nm, respectivamente. A formação de uma estrutura com grãos ultrafinos propiciou um aumento de 20% no limite de resistência à tração em comparação com a amostra não deformada.

Com relação ao ganho de resistência mecânica, outro trabalho que obteve bons resultados foi o realizado por QARNI *et al.* (2017). Eles avaliaram o efeito do ECAP nas características microestruturais e comportamento mecânico do Ti comercialmente puro. O material foi submetido ao procedimento de deformação por ECAP na temperatura de 300 °C, com o número de passes variando de 1 a 6. Foi utilizada a rota BC. O material severamente deformado exibiu um aumento significativo nas propriedades mecânicas. O limite de escoamento aumentou de 308 para 558 MPa, enquanto o limite de resistência à tração subiu de 548 para 685 MPa, correspondendo a um aumento de 81% e 25%, respectivamente.

Um aspecto comum inerente a todos os trabalhos pesquisados foi que todos os autores chegaram à conclusão de que o processo de deformação por ECAP é uma forma eficiente de refinamento dos grãos do Ti e suas ligas, propiciando grande melhoria de resistência mecânica. Além disso, todos os autores optaram por utilizar a rota BC, sugerindo que essa rota é a mais indicada para a obtenção dos resultados desejados.

5. METODOLOGIA

5.1. Produção das ligas

As ligas foram produzidas utilizando-se os elementos Ti (chapas), Nb (barras) e Si (pó) de alta pureza. O Nb e o Ti foram cortados em pedaços menores utilizando-se uma serra fita horizontal Ferrari modelo SFH 12, bem como serras manuais. Os metais Ti e Nb foram decapados, em seguida foram lavados em água corrente e secados a quente, com a finalidade de remover impurezas presentes na superfície. A procedência e pureza dos materiais, bem como os reagentes utilizados na decapagem são mostrados na tabela 4.

Tabela 4 - Pureza e procedência dos metais e soluções utilizadas na decapagem dos elementos.

Elemento	Pureza (%)	Procedência	Decapagem Química
Titânio	99,9	MDT – Implantes Ortopédicos	30 ml de HF, 30 ml de HNO ₃ , 30 ml de H ₂ O.
Nióbio	99, 5	CBMM - Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração -	50 ml de H ₂ SO ₄ , 20 ml de HNO ₃ , 20 ml de HF, 10 ml de H ₂ O.
Silício	99, 9	Alfa Aesar	-

As ligas foram produzidas em forno de fusão a arco voltaico com eletrodo não consumível de tungstênio, sob atmosfera controlada de argônio e cadinho de cobre refrigerado a água. Na figura 12 (a) pode-se visualizar o forno utilizado na produção das amostras. Os elementos foram colocados no cadinho de cobre, figura 12 (c), na quantidade adequada para cada composição. Devido ao maior ponto de fusão do Nb, esse elemento foi colocado em cima dos outros para facilitar o processo de fusão. Em seguida, a campânula foi fechada, figura 12 (b), e submetida a 30 minutos de vácuo divididos em 3 etapas de 10 minutos. Em cada uma dessas etapas, foi injetado argônio (grau 5.0) na campânula para auxiliar na retirada de impurezas. Transcorrido o tempo de vácuo, foi

injetado novamente argônio na campânula até a pressão ficar positiva para garantir uma atmosfera inerte e então foi iniciada a fusão. As amostras foram refundidas oito vezes para garantir a completa mistura dos elementos.

Foram produzidas ligas com três composições diferentes: Ti-35Nb-0,15Si; Ti-35Nb-0,25Si e Ti-35Nb-0,35Si (percentual em massa). Foram produzidos lingotes com 70 gramas. A quantidade de Nb foi mantida fixa em 35% porque, de acordo com HANADA *et al.* (2005), essa é a quantidade mínima necessária para reter a fase β do Ti à temperatura ambiente. As composições Ti-35Nb-0,15Si e Ti-35Nb-0,35Si já foram analisadas em outros trabalhos pertencentes ao grupo de estudos ao qual o autor desta tese está inserido e esses trabalhos mostraram que essas ligas podem alcançar bons resultados de resistência mecânica, resistência à corrosão, ductilidade e módulo de elasticidade (CABRAL, 2013; TAVARES, 2014). Essas ligas foram agora submetidas a tratamentos termomecânicos diferentes dos que já haviam sido realizados, com o objetivo de avaliar a influência de diferentes rotas de tratamentos termomecânicos nas propriedades das ligas. A liga Ti-35Nb-0,25Si ainda não tinha sido estudada, permitindo um campo amplo para análises.

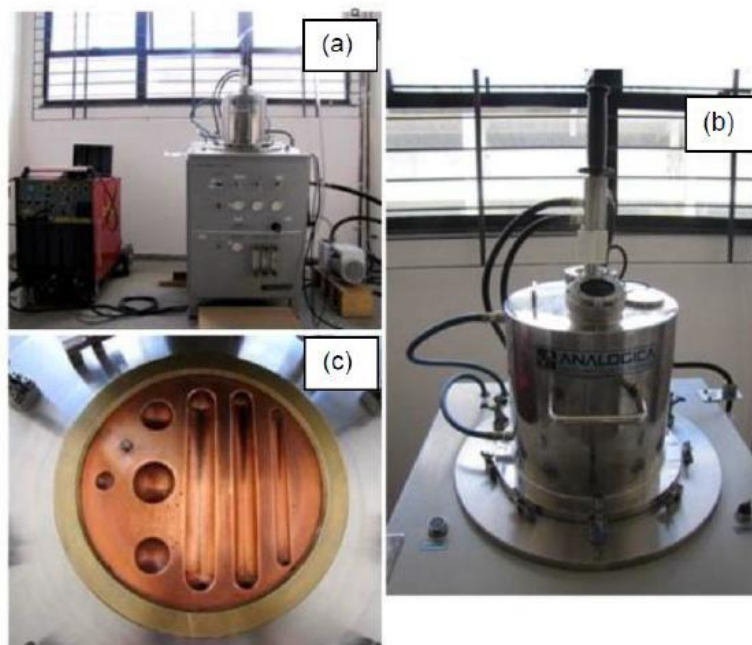


Figura 12-Forno de fusão: (a) visão geral, (b) câmara de fusão com atmosfera controlada e (c) cadinho de cobre refrigerado a água.

5.2. Homogeneização das ligas

O Ti é altamente reativo com o oxigênio em temperaturas elevadas. Por esse motivo, todas as operações com ligas de Ti que envolvem aquecimento devem ser realizadas em atmosfera inerte. Por essa razão, foi utilizado um forno tubular de quartzo com atmosfera controlada, conforme mostrado na figura 13. Inicialmente, foi realizada a curva de calibração do forno para determinar as zonas térmicas do interior do forno onde as ligas seriam colocadas para a realização do tratamento térmico de homogeneização. Foram construídos perfis nas temperaturas de 600, 700, 800, 900 e 1000 °C para descobrir a faixa útil de trabalho em cada temperatura. O forno tem 61 cm de comprimento e em uma de suas extremidades foi colocada uma manta térmica que adentrou 5,0 cm no interior do tubo de alumina. O forno foi programado para atingir a temperatura desejada e essa temperatura foi medida por um termopar fixo acoplado a ele. Foi utilizado um termopar auxiliar posicionado inicialmente encostado na manta térmica a 55 cm da entrada e a leitura da temperatura nesse ponto foi verificada. Em seguida, o termopar adicional foi movimentado na direção da entrada e a cada 1,0 cm a temperatura foi verificada.

Em seguida, foram realizados testes preliminares para verificar a eficiência do equipamento no controle da atmosfera e posteriormente foram realizados reparos para corrigir imperfeições. Finalmente, os lingotes foram homogeneizados na temperatura de 1000 °C pelo período de 6 horas.



Figura 13-Forno tubular para tratamentos térmicos.

5.3. Deformação a frio das ligas

As ligas foram deformadas a frio em dois processos: deformação em matriz aberta e deformação em matriz ECAP.

5.3.1. Deformação em matriz aberta

Para a deformação na matriz aberta foram produzidos corpos de prova. Os lingotes foram fatiados em uma cortadora metálica Teclago CM 40 para a obtenção de discos com 5,0 mm de espessura. Em seguida, os discos foram cortados para a produção de corpos de prova com as dimensões de 5 mm de espessura, 8mm de altura e 10 mm de comprimento. Os corpos de prova foram colocados em uma matriz aberta, figura 14, e submetidos à deformação plástica a frio por compressão em uma máquina de ensaios Instron 3385H, com capacidade de carga de 250 kN. A velocidade de deformação foi constante em 1,0 mm/minuto. Foram realizadas deformações que produziram reduções de 1, 2, 3 e 4 mm na altura dos corpos de prova, variando-se o tempo de 1 a 4 minutos, que corresponderam respectivamente a deformações de 12,5; 25; 37,5 e 50%. Foram analisados os topos dos corpos de prova deformados.

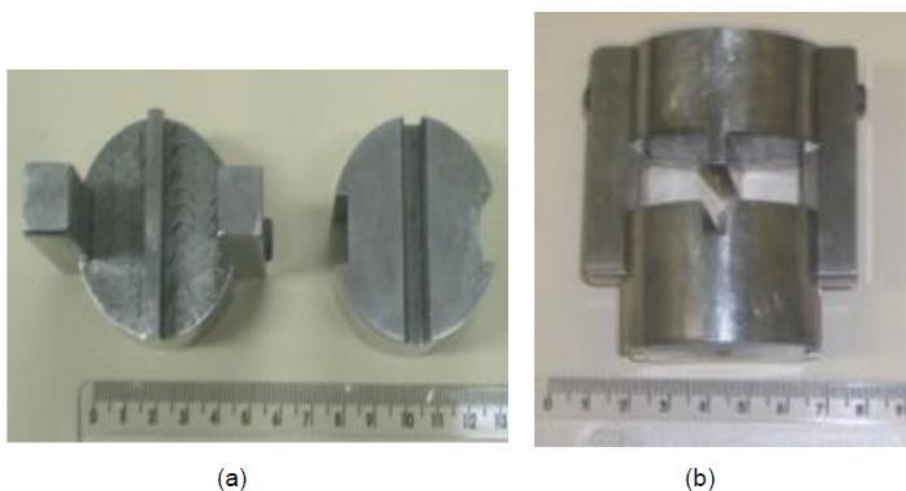


Figura 14-Matriz aberta para deformação por compressão: (a) partes separadas e (b) partes unidas.

5.3.2. Construção dos perfis de dureza

A dureza de cada uma das ligas deformadas foi determinada em um durômetro da Future-Tech, modelo FV-700 com carga de 2 kgf e tempo de impressão de 20 segundos. Foram feitas 10 impressões em cada amostra a partir das quais foram obtidos os valores médios de dureza Vickers. Com os dados de dureza, foram construídos perfis relacionando-se a variação na dureza com o aumento do nível de deformação. Para cada composição, os perfis foram traçados a partir de deformações realizadas em três diferentes lingotes. O objetivo foi verificar a reprodutibilidade dos experimentos realizados.

5.3.3. Deformação em matriz ECAP

A deformação empregou uma matriz ECAP com ângulo de interseção entre os canais de 120° , figura 15. Na figura 15 são observados o punção de aplicação da carga, o corpo de prova no ângulo de curvatura de 120° .



Figura 15 - Matriz de deformação ECAP com ângulo de 120° .

Lingotes homogeneizados da liga Ti-35Nb-0,35Si foram fatiados em pedaços com 6 mm de espessura utilizando-se uma cortadora metálica para materiais não ferrosos da Teclago, modelo CM 40. Em seguida, foram produzidos blocos com base quadrada (6 mm x 6 mm) e altura de 10 mm para serem processadas por matriz ECAP. A deformação

foi realizada com carga aplicada na matriz ECAP utilizando-se uma prensa hidráulica com capacidade de 15 toneladas. A liga foi deformada em diferentes passes: 1, 2, 4 e 6. A rota de processamento adotada foi a BC, porque segundo LIN *et al.* (2013), essa é a rota que permite o máximo refinamento dos grãos, melhor qualidade da superfície e grãos mais equiaxiais quando comparada com outras rotas.

5.4. Microscopia óptica

Para a etapa de microscopia óptica, as amostras foram inicialmente embutidas em resina de poliéster e posteriormente lixadas com lixas de carbetto de silício (SiC) na sequência: 60, 120, 240, 360, 600 e 1200. Em seguida, foi realizado o polimento em uma politriz Arotec modelo Aropol-V2, em panos com abrasivo em suspensão de diamante de 6 e 3 μm lubrificados com álcool. Antes do polimento em cada pano, as amostras foram limpas com ultrassom em uma lavadora ultrassônica da Sanders Medical modelo soniclean 2PS. Para a revelação da microestrutura foi utilizada uma solução de ataque químico de Kroll composta por 3 mL de ácido fluorídrico, 6 mL de ácido nítrico e 91 mL de água. As imagens das microestruturas foram obtidas com um microscópio Leica, modelo DM 2500M.

5.5. Difração de raios X

Foi utilizada a técnica de difração de raios X para identificar as fases presentes nas ligas estudadas e como ocorre sua transformação nos diferentes níveis de deformação. Foram utilizados dois diferentes equipamentos: um equipamento XRD-6000 da SHIMADZU com tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, taxa de varredura de 1°/minuto e variação de 2θ de 30 a 90° e um equipamento Brucker D8 Advance com tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, incremento de 0,02°, tempo de 0.1 segundos e variação de 2θ de 30 a 90°. Para a identificação das fases foram utilizadas as fichas de padrão do JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards).

5.6. Recozimento das ligas deformadas em matriz aberta

Amostras com 50% de deformação de cada liga estudada foram recozidas em um forno tubular de quartzo, com atmosfera controlada de argônio, nas temperaturas de 400, 800 e 900 °C por um período de uma hora e resfriamento no próprio forno. Esses experimentos tiveram por finalidade aliviar as tensões internas causadas pelo processo de deformação e avaliar as transformações de fases causadas por esse processo.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1. Produção das ligas

A tabela 5 apresenta dados referentes às massas teóricas e reais dos elementos e à massa das ligas após a fusão.

Tabela 5-Dados referentes às ligas Ti-35Nb-XSi ($X = 0,15; 0,25; 0,35$) produzidas.

Liga	Nº	Massa de cada elemento Antes da Fusão (gramas)			Massa do lingote Antes da Fusão (gramas)	Massa do lingote Após a Fusão (gramas)
		Ti	Nb	Si		
Ti-35Nb-0,15Si	1	45,387	24,488	0,106	69,981	69,984
	2	45,402	24,504	0,105	70,011	70,011
	3	45,401	24,498	0,106	70,005	70,005
	4	45,387	24,454	0,107	69,948	69,954
	5	45,401	24,492	0,107	70,00	70,002
Ti-35Nb-0,25Si	1	45,325	24,441	0,175	69,941	69,943
	2	45,334	24,497	0,176	70,007	70,017
	3	45,329	24,517	0,176	70,022	70,047
	4	45,334	24,555	0,178	70,062	70,103
	5	45,328	24,578	0,177	70,083	70,116
Ti-35Nb-0,35Si	1	45,253	24,464	0,246	69,963	69,972
	2	45,264	24,497	0,248	70,009	70,017
	3	45,262	24,518	0,247	70,027	70,039
	4	45,265	24,554	0,259	70,078	70,109
	5	45,264	24,536	0,246	70,046	70,039

A figura 16 mostra uma liga após a fusão, onde foi observado visualmente o aspecto brilhante do lingote que indicou ausência de oxidação, comportamento comum a todas as ligas Ti-35Nb-XSi ($X = 0,15; 0,25; 0,35$) produzidas. A pesagem dos lingotes mostrou que não houve ganhado de massa, confirmando a ausência de oxidação e eficiência da atmosfera inerte.



Figura 16-Lingote da liga Ti-35Nb-0,15Si no estado bruto de fusão.

6.2. Forno tubular de tratamentos térmicos

As ligas produzidas no forno a arco foram submetidas ao tratamento térmico de homogeneização para corrigir as variações de composição e eliminar tensões internas. Nessa etapa foi necessário efetuar as curvas de calibração do forno tubular e ajustes de funcionamento.

6.2.1. Curvas de calibração do forno tubular

A calibração foi realizada através da medição da temperatura ao longo do tubo de quartzo: houve uma varredura da temperatura da região final até a região de entrada do forno, realizada em distâncias de 1 cm, empregando um termopar móvel para efetuar a medição de temperatura em cada ponto. A calibração considerou a temperatura de 1000 °C programada no forno através de um termopar fixo posicionado na região central do forno. Quando o termopar móvel foi movimentado no sentido das regiões final-entrada do forno, a temperatura teve uma grande queda, observada na figura 17. Isso ocorreu porque a entrada do forno é aberta, permitindo uma maior transferência de calor. No sentido da saída do forno, houve um aumento na temperatura seguido de uma queda menor que no sentido da entrada. Essa diferença aconteceu porque a saída do forno é fechada com uma manta térmica que diminui a transferência de calor. Dessa forma, a massa de ar quente que é barrada pela manta térmica ocasiona o aumento de temperatura visualizado no gráfico. Foi estipulada uma variação de temperatura aceitável de 50 °C, sendo 25 para mais e 25 para menos. Assim, estabeleceu-se o limite superior como 1025 °C e o inferior como 975 °C e verificou-se a quais regiões do forno essas temperaturas

correspondiam. Foi estabelecido que a faixa útil de trabalho localiza-se entre 24 e 52 cm a partir da entrada do forno. Foram produzidas curvas de calibração para as temperaturas de 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C e 1000 °C. Todas as curvas de calibração estão no Anexo II.

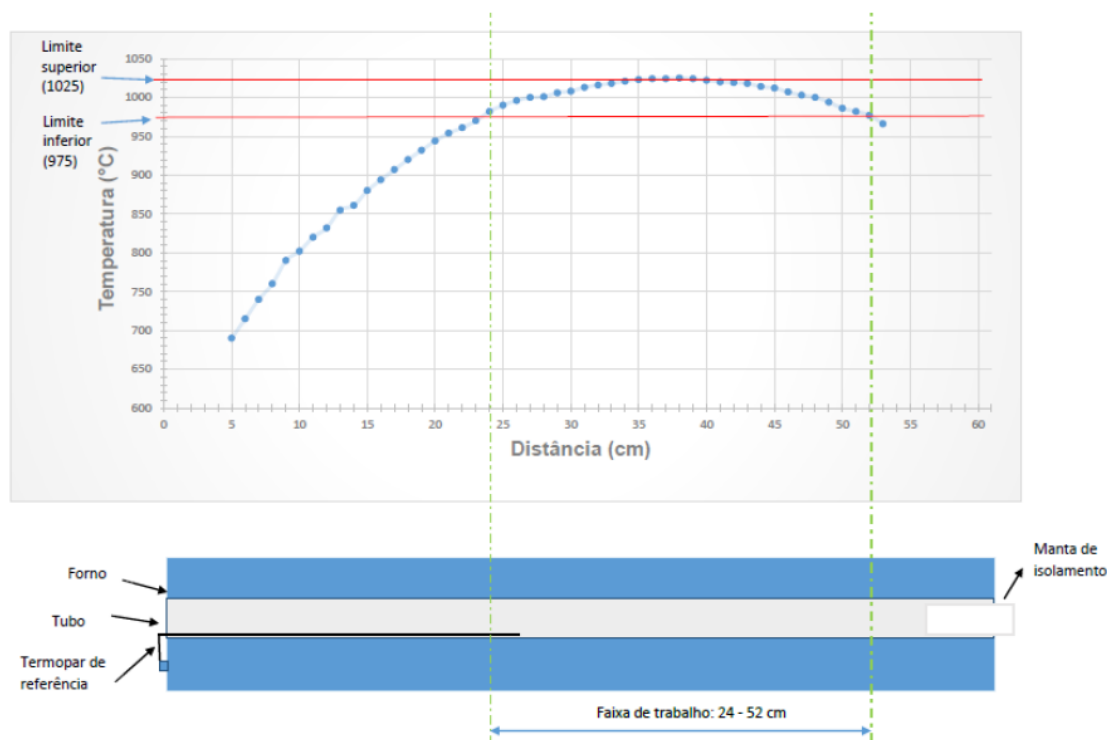


Figura 17-Curva de calibração do forno para a temperatura de 1000 °C.

6.2.2. Testes no forno tubular

O primeiro teste realizado com um lingote de uma liga de Ti-Nb apresentou oxidação. Como o primeiro teste não foi satisfatório, novos ensaios foram realizados para identificar as causas que levaram à oxidação.

A primeira hipótese levantada foi em relação à válvula de segurança do forno. Durante o aquecimento foi necessário utilizar a válvula algumas vezes para aliviar o aumento da pressão interna causado pela expansão do gás. Suspeitou-se que a abertura da válvula estivesse permitindo também entrada de oxigênio para o interior do tubo, contaminando o experimento. Para aliviar a pressão foi utilizada a bomba de vácuo e não mais a válvula de segurança.

A segunda hipótese foi em relação ao defletor de calor que fica posicionado na entrada do tubo com a finalidade de diminuir o fluxo de calor que chega aos anéis de vedação, figura 18 (a). Foi verificado que esse defletor apresentou oxidação, figura 18 (b), e suspeitou-se que ele poderia ser o responsável pela contaminação das amostras.



Figura 18-Defletor de calor: (a) durante o aquecimento e (b) apresentando oxidação após o resfriamento.

Para eliminar essas suspeitas, foi realizado um segundo experimento com chapas retangulares de Ti puro decapado, figura 19 (a) que foi posicionado bem próximo ao defletor de calor. Para aliviar a pressão foi utilizada a bomba de vácuo e não mais a válvula de segurança. Entretanto, mesmo com essas modificações, a amostra oxidou novamente, figura 19 (b).

No terceiro experimento, a chapa de Ti foi posicionada no centro do tubo de quartzo, longe do defletor de calor. A amostra oxidou mais uma vez, figura 20, indicando que a contaminação não foi causada pelo defletor.

Foi realizado um quarto experimento. O defletor foi lixado para retirar a camada de óxidos e a amostra de Ti foi colocada no centro do tubo de quartzo. Além disso, foi utilizado também bloco de placas de titânio junto ao defletor para absorver contaminantes. Os resultados apresentaram duas conclusões: o defletor de calor oxidou novamente, indicando que havia algum ponto de vazamento no sistema que estava comprometendo seu funcionamento; e o nível de oxidação do Ti foi menor que nos outros experimentos, indicando que a utilização das placas de Ti ajudou na redução da oxidação.

Posteriormente, o ponto de vazamento do forno foi identificado, solucionado e foi estabelecido um procedimento padrão para a utilização satisfatória do forno. Dessa forma, foi possível realizar a homogeneização das ligas.



Figura 19-Ti puro decapado: (a) antes do tratamento térmico e (b) após o tratamento térmico.



Figura 20-Amostra contaminada após o tratamento térmico: (a) parte superior e (b) parte inferior.

Foram homogeneizados 10 lingotes. A tabela 6 apresenta as massas dos lingotes antes e após o tratamento de homogeneização. Verificou-se que houve pouca variação, indicando que o forno foi eficiente em impedir a contaminação das amostras.

Tabela 6-Dados das ligas após a homogeneização.

Liga	Lingote	Massa antes da homogeneização	Massa após a homogeneização	Variação de massa (%)
Ti-35Nb-0,15Si	1	69,930	69,931	0,001
	2	70,015	70,010	-0,007
	3	70,027	70,027	0,000
Ti-35Nb-0,25Si	1	70,037	70,042	0,007
	2	70,111	70,106	-0,007
	3	70,089	70,086	-0,004
Ti-35Nb-0,35Si	1	69,961	69,957	-0,006
	2	70,127	70,127	0,000
	3	70,004	70,006	0,003
	4	70,003	70,000	0,004

6.3. Deformação em matriz aberta

6.3.1. Dureza das ligas deformadas em matriz aberta

A primeira parte do trabalho experimental envolveu a deformação plástica das ligas em matriz aberta, onde a deformação ocorre por escorregamento. Foram retirados corpos de prova dos três lingotes de cada uma das composições homogeneizadas. Os corpos de prova foram submetidos às deformações de 12,5%, 25%, 37,5% e 50%, referentes à redução da altura. Após as deformações, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de dureza.

Os valores das medidas de dureza em função dos teores de silício e das deformações são observados nas figuras 21, 22 e 23. Esperava-se o aumento contínuo de dureza até o último nível da deformação, entretanto, isso não aconteceu. As ligas Ti-35Nb-0,15Si e Ti-35Nb-0,25Si apresentaram o mesmo comportamento, com valores crescentes de dureza até alcançarem um valor máximo na deformação de 37,5 %, conforme mostrado nas figuras 21 e 22, enquanto a liga Ti-35Nb-0,35Si apresentou comportamento distinto, caracterizado por menor sensibilidade às deformações e alcançou o valor máximo na deformação de 25 %, figura 23. Esse comportamento atípico nos perfis de encruamento será melhor discutido posteriormente, junto com os dados obtidos pelas técnicas de microscopia óptica e DRX.

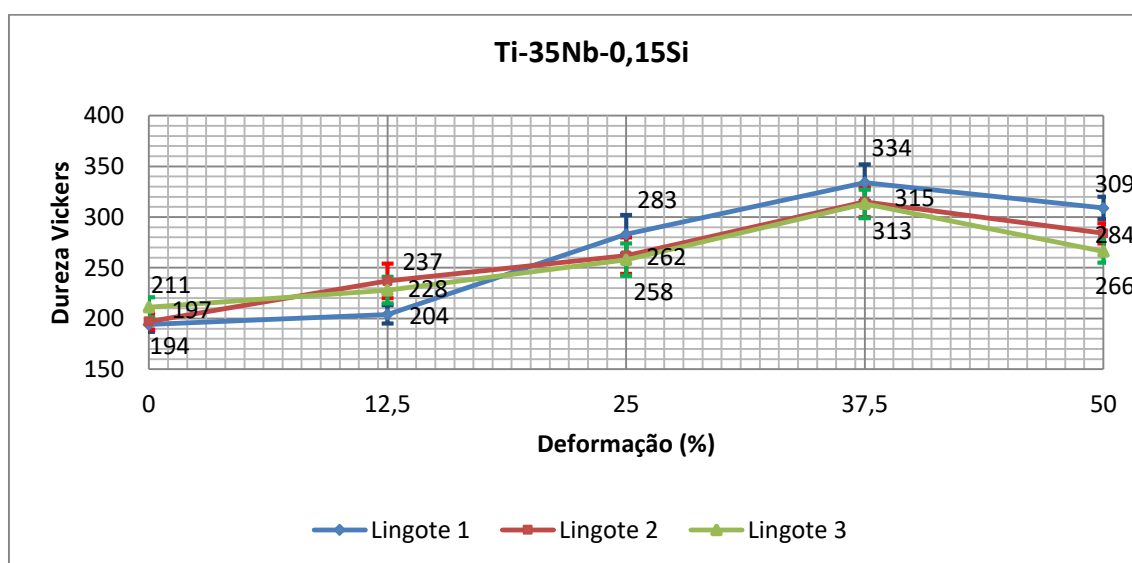


Figura 21-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,15Si deformadas.

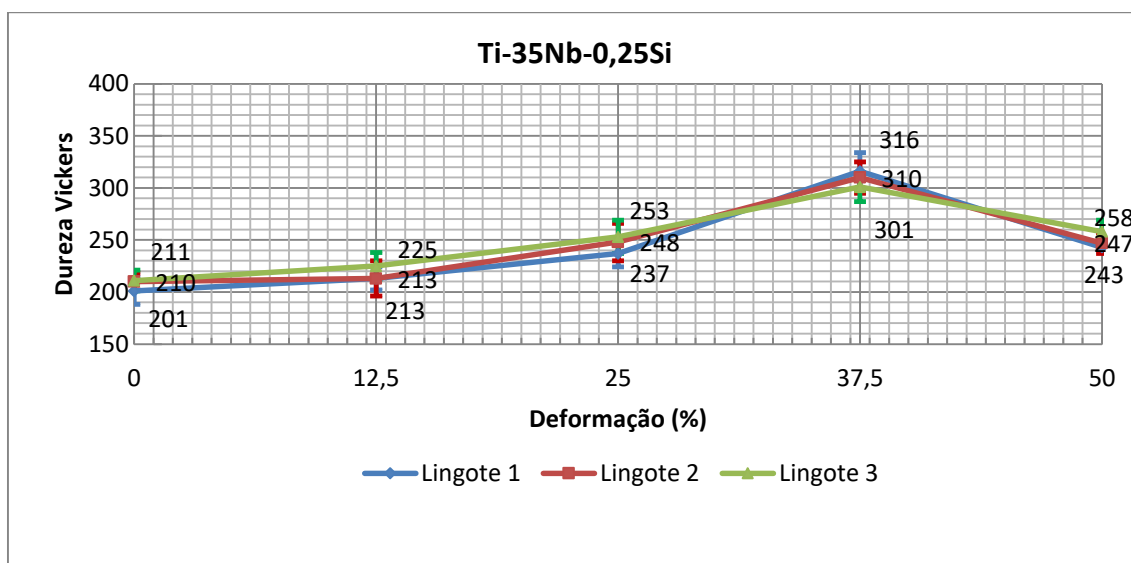


Figura 22-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,25Si deformadas.

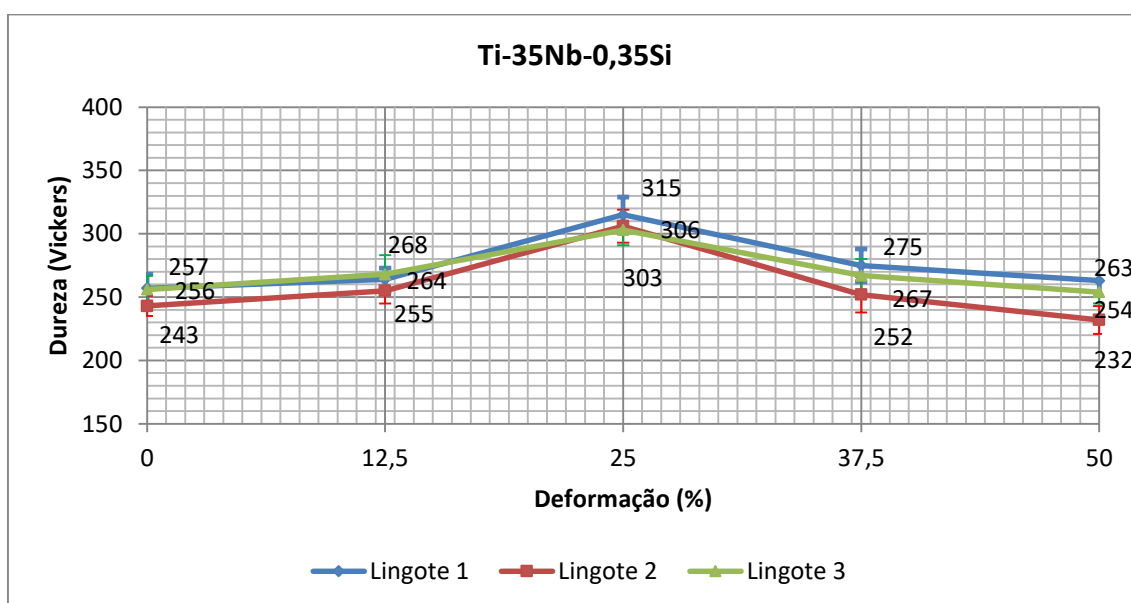


Figura 23-Durezas das ligas Ti-35Nb-0,35Si deformadas.

Os resultados confirmaram a reprodutibilidade das análises experimentais, já que foram utilizados três lingotes diferentes para cada composição e todos apresentaram comportamentos semelhantes. O objetivo de efetuar-se a análise em três lingotes de cada uma das composições foi observar que o comportamento mecânico foi reproduzido, portanto o comportamento inesperado na evolução das durezas não se tratou de erro

experimental. Para cada uma das ligas, foram calculadas as médias e desvios padrão das três curvas, e foi construída a curva geral de dureza versus deformação, observada na figura 24. A partir dessa curva, foram efetuadas duas importantes análises referentes às ligas estudadas.

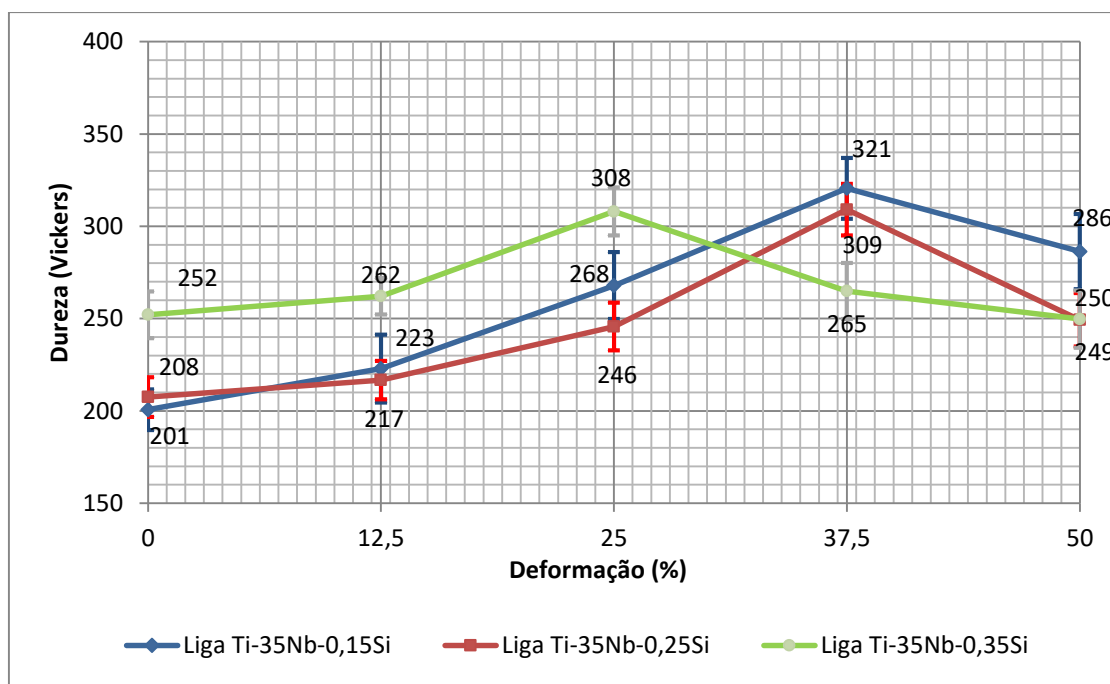


Figura 24-Dureza das ligas Ti-35Nb-XSi (X = 0,15; 0,25; 0,35).

A primeira análise foi realizada verificando-se os valores das durezas das ligas Ti-35Nb-XSi (X = 0,15; 0,25; 0,35) sem deformação. O objetivo foi avaliar o efeito do teor de Si na dureza das ligas Ti-35Nb. Os valores de dureza identificados foram, respectivamente, de 201 HV para o teor de 0,15Si; 208 HV para o teor de 0,25Si e 252HV para 0,35Si, conforme mostrado na figura 23. Observa-se que quanto maior o teor de Si, maiores os valores de dureza. A adição de Si nas ligas Ti-35Nb ocasionou o endurecimento por solução sólida (KIM *et al.*, 2006). Estes resultados são coerentes com os obtidos no trabalho de TAVARES *et al.* (2015), que verificaram o aumento da resistência mecânica da liga Ti-35Nb com a elevação do teor de Si.

A segunda análise realizada consistiu em verificar o efeito das deformações no comportamento mecânico das ligas quando submetidas às deformações de 12,5%; 25%; 37,5% e 50% em matriz aberta. As ligas Ti-35Nb-0,15Si e Ti-35Nb-0,25Si apresentaram um contínuo aumento de dureza com o aumento da deformação, com os valores máximos

de dureza sendo obtidos com a deformação de 37,5%. A dureza da liga Ti-35Nb-0,15Si aumentou de 201 HV (sem deformação) para 321HV (37,5%), o que correspondeu a uma elevação de 59%, e a dureza da liga Ti-35Nb-0,25Si aumentou de 208 HV(sem deformação) para 309HV (37,5%), correspondendo a um elevação de 49%, figura 23. A liga Ti-35Nb-0,35Si apresentou um ponto máximo de dureza em um nível de deformação menor (25%). Além disso, a diferença entre a durezas máxima (308 HV) e mínima (252 HV) foi de menor amplitude (22%) indicando a menor sensibilidade dessa liga às deformações plásticas.

Conforme discutido anteriormente, o aumento da quantidade de Si promove o endurecimento por solução sólida em ligas de Ti-Nb, o que reduz a ductilidade das ligas, diminuindo a sensibilidade ao encruamento das amostras com maior teor desse elemento.

6.3.2. Difração de raios X das ligas deformadas em matriz aberta

Com a finalidade de se obter uma melhor análise a respeito das transformações de fases ocorridas durante o processo de conformação das ligas, bem como um melhor entendimento sobre os perfis de dureza atípicos encontrados, medidas de difração de raios X foram realizados nas ligas com as três composições e nos diferentes níveis de deformação.

A figura 25 apresenta os difratogramas de raios X da liga Ti-35Nb-0,15Si. Na amostra sem deformação foram identificados apenas picos referentes à fase β do Ti. A presença apenas dessa fase na microestrutura da amostra homogeneizada explica os bons níveis de conformação a frio suportados pelas ligas estudadas. Isso ocorre por conta da melhor capacidade de deformação plástica que a fase β possui em comparação com outras fases do Ti, ocasionada por sua célula unitária cúbica de corpo (CCC) que tem um maior número de sistemas de deslizamento (PETERS *et al.*, 2003). Quando foi aplicado o nível de deformação de 12,5% foi visualizado também um pico da fase α'' . Essa fase tem uma célula unitária ortorrômbica e pode ser formada tanto pelo resfriamento rápido quanto pelo efeito de uma tensão externa (HAGHIGHI *et al.*, 2016). Portanto, a deformação a frio sofrida pela amostra ocasionou a transformação de β para α'' , efeito que também foi relatado nos trabalhos de KIM *et al.* (2007), CABRAL (2013), TAVARES *et al.* (2015) e GUO *et al.* (2015).

Nos níveis de deformação posteriores os difratogramas foram semelhantes, com picos das fases β e α'' . Na deformação de 50% foram identificados menos picos referentes à fase β em comparação com os outros níveis de deformação aplicados. Além disso, verificou-se menor diferença nas intensidades dos picos das fases β e α'' , indicando aumento da quantidade dessa última fase, o que ajuda a explicar os resultados obtidos no perfil de encruamento desta liga, que mostraram redução na dureza neste nível de deformação. A deformação plástica em ligas de Ti promove dois efeitos simultâneos: o primeiro é o aumento da densidade de discordâncias, ocasionado porque uma parte da energia utilizada na deformação fica armazenada na microestrutura na forma de defeitos e o segundo é a formação da fase martensítica α'' . Para os primeiros níveis de deformação, provavelmente o primeiro efeito foi mais significativo, gerando aumento da dureza conforme a deformação foi aumentando. Para os níveis de deformação mais elevados, foi gerada uma grande quantidade da fase α'' . Provavelmente, para esse nível de deformação, a formação da fase α'' foi mais influente na dureza das ligas do que o encruamento, resultando em uma dureza menor do que a do nível anterior.

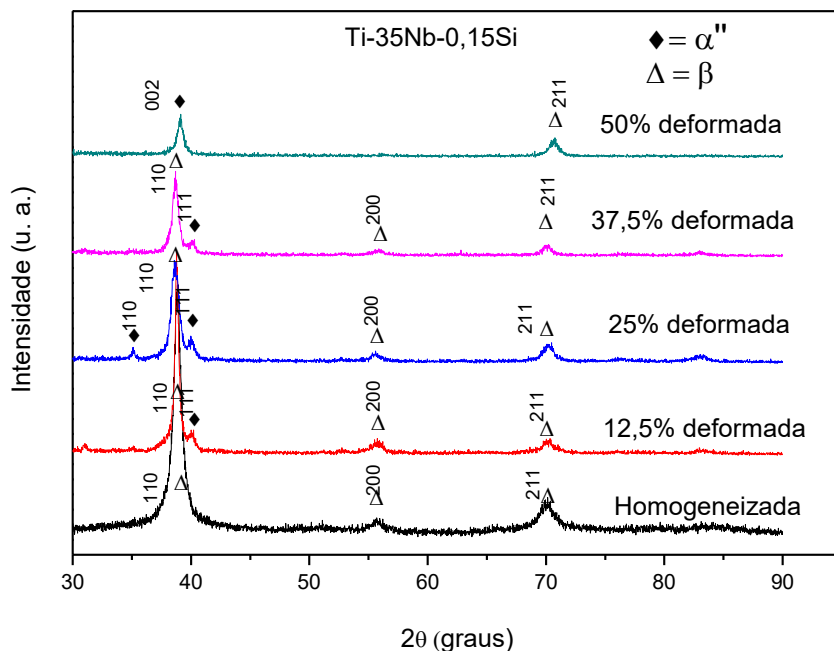


Figura 25-Difratogramas de raios X da liga Ti-35Nb-0,15Si sem deformação e submetidas às deformações.

A liga Ti-35Nb-0,25Si, figura 26, apresentou difratogramas semelhantes aos obtidos para a liga Ti-35Nb-0,15Si o que justifica a semelhança de comportamento mecânico dessas ligas. Nas amostras homogeneizadas foram identificados apenas picos da fase β e nas amostras deformadas surgiram picos referentes à fase α'' . Essa semelhança corrobora os perfis de encruamento das duas ligas, nos quais a redução na dureza ocorreu na deformação de 50%.

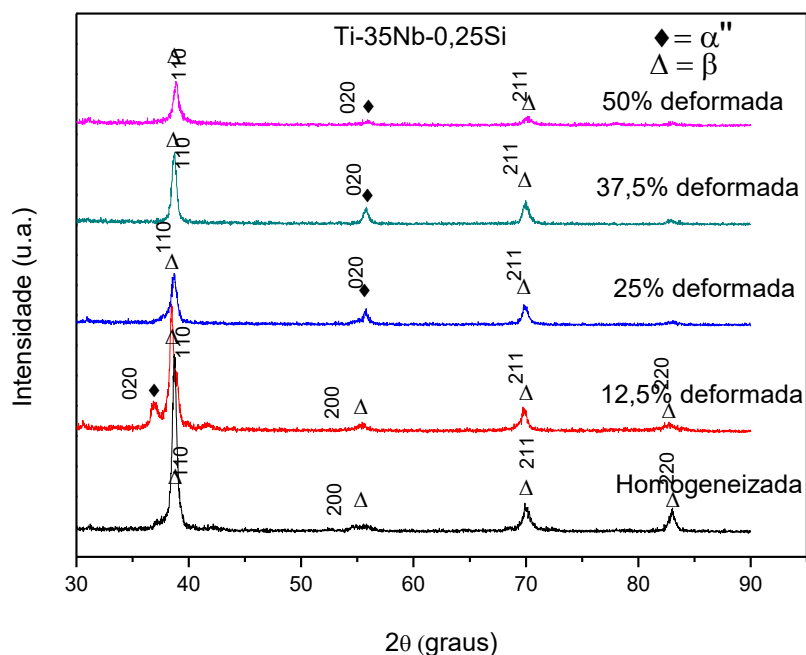


Figura 26- Difratogramas de raios X das ligas Ti-35Nb-0,25Si sem deformação e submetidas às deformações.

A liga Ti-35Nb-0,35Si, figura 27, também apresentou o mesmo padrão de difratograma das outras composições estudadas: apenas a fase β na condição homogeneizada e surgimento da fase α'' na condição deformada em diferentes níveis. No nível de deformação de 50%, foram identificados mais picos referentes à fase α'' , indicando maior quantidade dessa fase na microestrutura do material. A presença de grandes quantidades da fase α'' está associada à redução na dureza verificada para a liga nessa condição, figura 22.

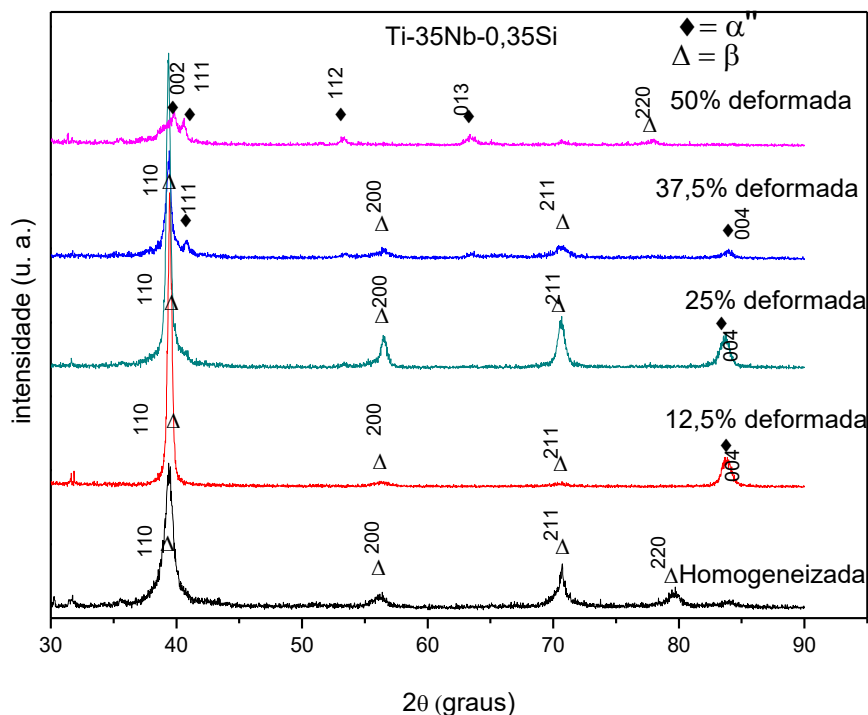


Figura 27- Difrátogramas de raios X das ligas Ti-35Nb-0,35Si sem deformação e submetidas às deformações.

6.3.3. Microscopia óptica das ligas deformadas em matriz aberta

Foram feitas análises de microscopia óptica na região onde foi aplicada a carga nos corpos de prova (topo) para avaliar as mudanças microestruturais ocorridas nos diferentes níveis de deformação. A figura 28 apresenta as micrografias ópticas obtidas para a liga Ti-35Nb-0,15Si deformada. Quando foi aplicado 12,5% de deformação, figura 27(a), percebe-se a presença de agulhas dispersas no interior de grãos que sugerem a presença de uma fase secundária surgida durante o processo de deformação. De acordo com PADILHA e SICILIANO (1996), a deformação plástica pode ocasionar, além do grande aumento da densidade de defeitos cristalinos, a formação de novas fases, geralmente denominadas de martensitas induzidas por deformação. Após a deformação com 25%, figura 28 (b), também foram visualizadas regiões que sugerem a presença de uma fase secundária dispersa no interior dos grãos da fase primária, porém em maior quantidade que no nível anterior. No nível mais elevado, figura 28(d), os efeitos da deformação ficaram mais evidentes, com a redução no tamanho dos grãos, formação de subgrãos, presença de bandas de deformação e a indicação da formação de novas fases,

resultados semelhantes aos encontrados nos trabalhos de ELMAY *et al.* (2017), LIANG *et al.* (2016), KENT *et al.* (2013), SANDER e RAAB (2008), KIM *et al.* (2007), IVASISHIN *et al.* (2003).

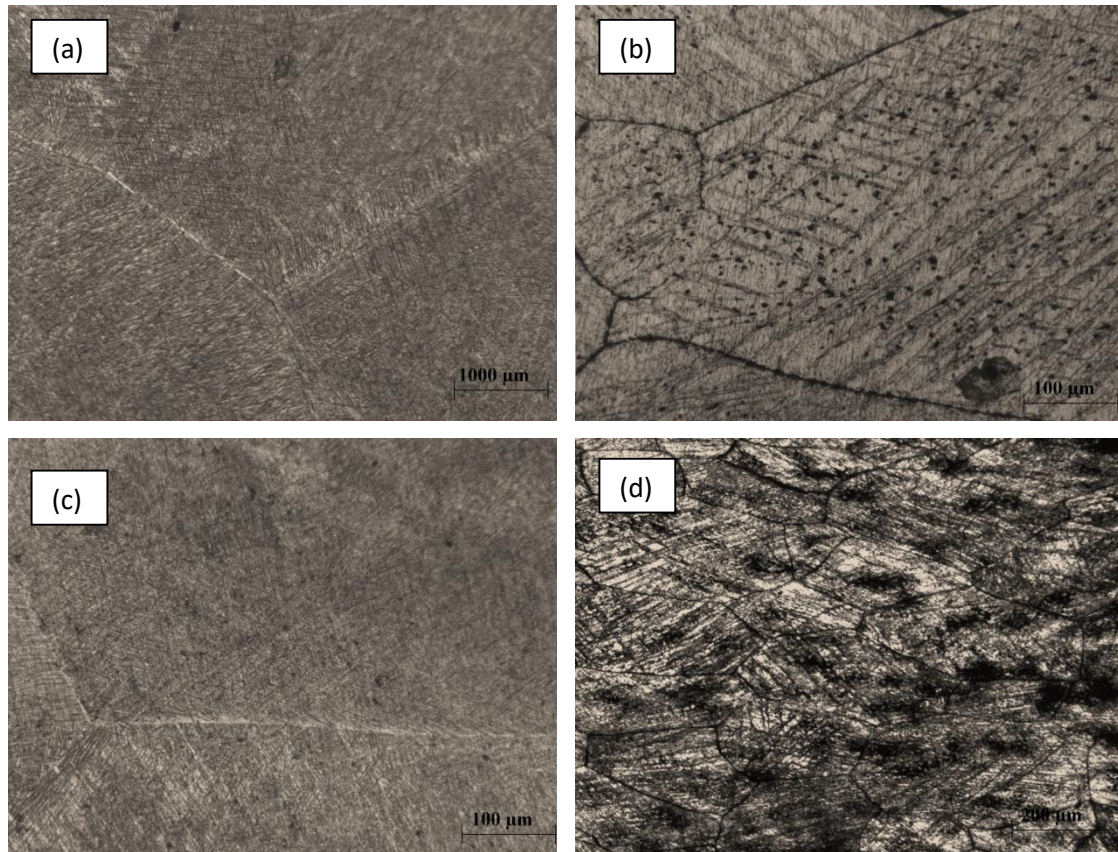


Figura 28-Micrografias ópticas da liga Ti-35Nb-0,15Si: (a) 12,5% de deformação, (b) 25% de deformação, (c) 37,5% de deformação e (d) 50% de deformação.

As micrografias da liga Ti-35Nb-0,25Si, figura 29, apresentam regiões escuras no interior dos grãos que indicam aglomerados de agulhas da fase α'' . Na liga com deformação de 25%, figura 29 (b), essas regiões são mais intensas que na amostra com 12,5%, o que é explicado pelo maior nível de deformação aplicado. Na amostra com 37,5% de deformação, figura 29 (c), podem ser visualizadas bandas de cisalhamento surgidas devido ao processo de deformação. Em todos os níveis foram identificadas no interior dos grãos agulhas características da fase α'' .

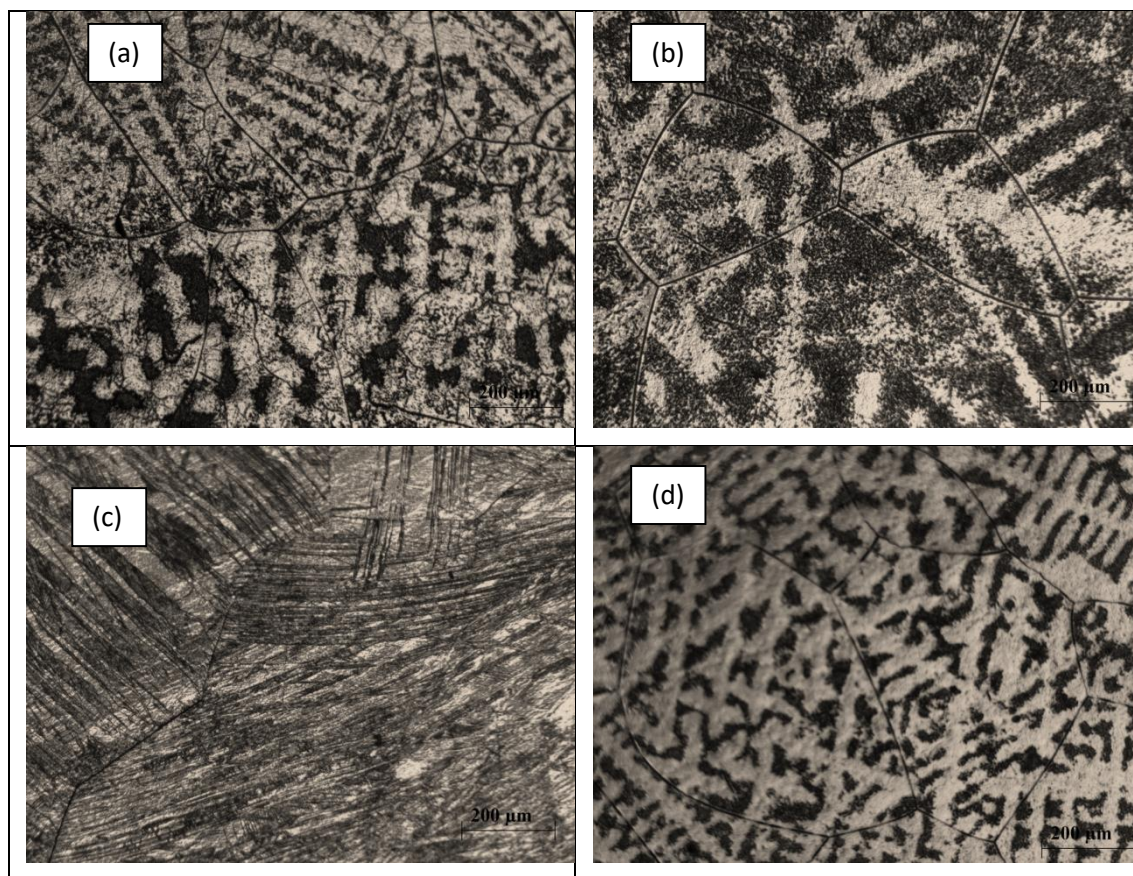


Figura 29-. Micrografias ópticas da liga Ti-35Nb-0,25Si: (a) 12,5% de deformação, (b) 25% de deformação, (c) 37,5% de deformação e (d) 50% de deformação.

A figura 30 mostra as micrografias da liga Ti-35Nb-0,35Si nas diferentes condições de deformação. As micrografias apresentam grãos claros, ou seja, com pouca concentração de agulhas em seu interior. Esse comportamento foi o oposto do visualizado para a composição com 0,25Si (figura 28). Na amostra com 50% de deformação verifica-se a concentração de agulhas da fase martensita α'' oblíquos aos contornos de grãos do material.

A presença de uma quantidade maior de Si na composição influenciou na posição das agulhas de α'' na microestrutura. Enquanto nas ligas com 0,15Si e 0,25Si as agulhas ficaram concentradas de forma predominante no interior dos grãos, na composição com 0,35Si essa concentração ocorreu de forma mais evidente nos contornos dos grãos. Essa diferença na formação da fase α'' pode estar associada à presença de compostos intermetálicos que surgem quando o limite de solubilidade do Si na liga Ti-Nb é excedido, conforme relatado por XU *et al.* (2005). Entretanto, estudos mais aprofundados são necessários para confirmar essa correlação.

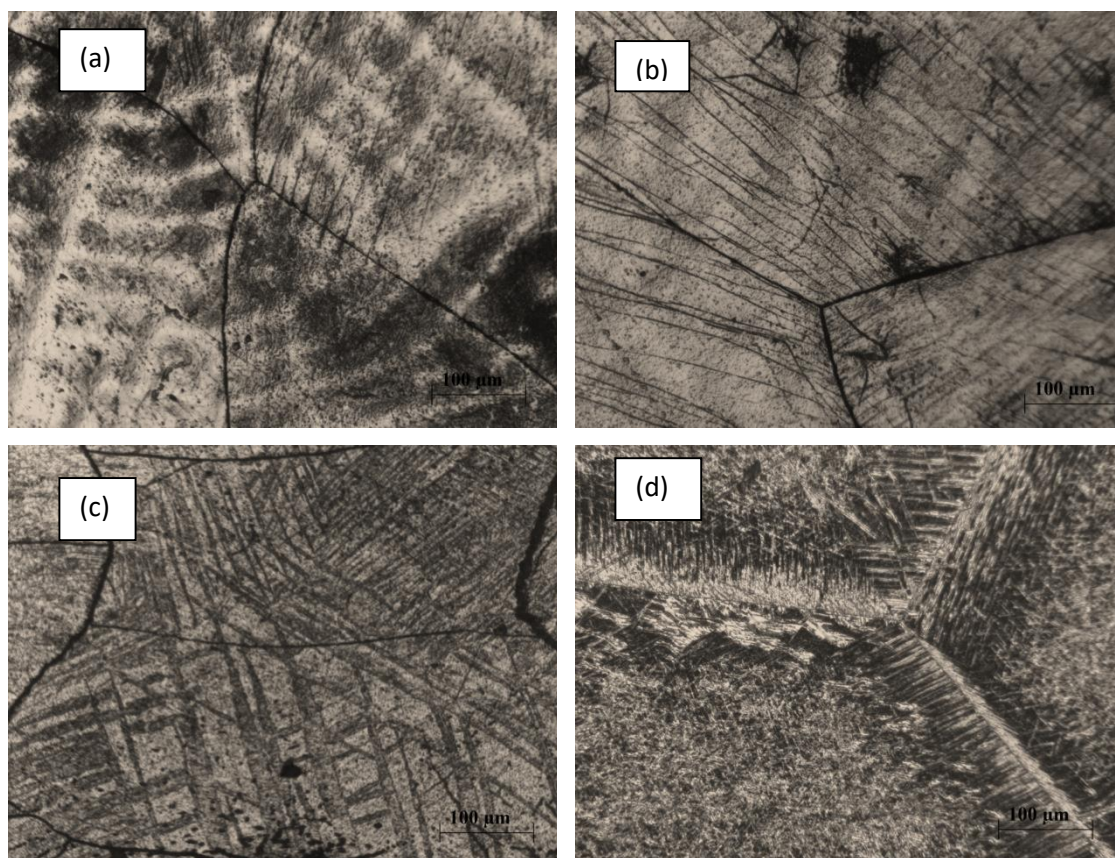


Figura 30- Micrografias da liga Ti-35Nb-0,35Si: (a) com 12,5% de deformação, (b) com 25% de deformação, (c) com 37,5% de deformação e (d) com 50% de deformação.

6.4. Recozimento das ligas deformadas em matriz aberta

A temperatura de 400 °C foi escolhida porque os trabalhos de TAVARES *et al.* (2015) e SOUZA (2008) identificaram, através de técnicas de análise térmica, que a decomposição da fase α'' em ligas Ti-35Nb ocorrem em temperaturas reduzidas (aproximadamente 200 °C). Pretendeu-se, assim, obter um melhor entendimento a respeito dos perfis de dureza obtidos. Como a linha de raciocínio levantada sugere que a redução de dureza no nível de 50% de deformação foi causada pela grande quantidade da fase α'' , o recozimento a 400 °C poderia ocasionar a completa decomposição da fase α'' sem que fosse iniciado o processo de recristalização, promovendo assim o aumento na dureza, corroborando a hipótese levantada. As temperaturas de 800 e 900 °C foram escolhidas com base no trabalho de CABRAL (2013), no qual a liga Ti-35Nb-0,15Si foi

recozida nas temperaturas de 500, 600 e 700 °C e foi verificado, por meio da técnica de DTA, que nas temperaturas analisadas o processo de recristalização teve início, porém não chegou ao fim. Por isso, decidiu-se utilizar temperaturas mais elevadas para que o processo de recristalização pudesse ser concluído.

6.4.1. Dureza das ligas recozidas

A figura 31 mostra as durezas da liga Ti-35Nb-0,15Si recozida nas diferentes temperaturas. Foi utilizado o lingote 1, conforme mostrado na tabela 6. Na amostra recozida a 400 °C a dureza se manteve no mesmo patamar em relação à amostra com 50% de deformação, o que não atendeu a expectativa de aumento de dureza por conta da decomposição da fase α'' . Nas temperaturas de 800 e 900 °C foi verificado que aconteceu uma redução na dureza com o aumento da temperatura. Esses resultados são coerentes, já que quanto maior a temperatura de recozimento, mais energia é fornecida ao material para que ocorra a recristalização (PADILHA e SICILIANO, 1996).

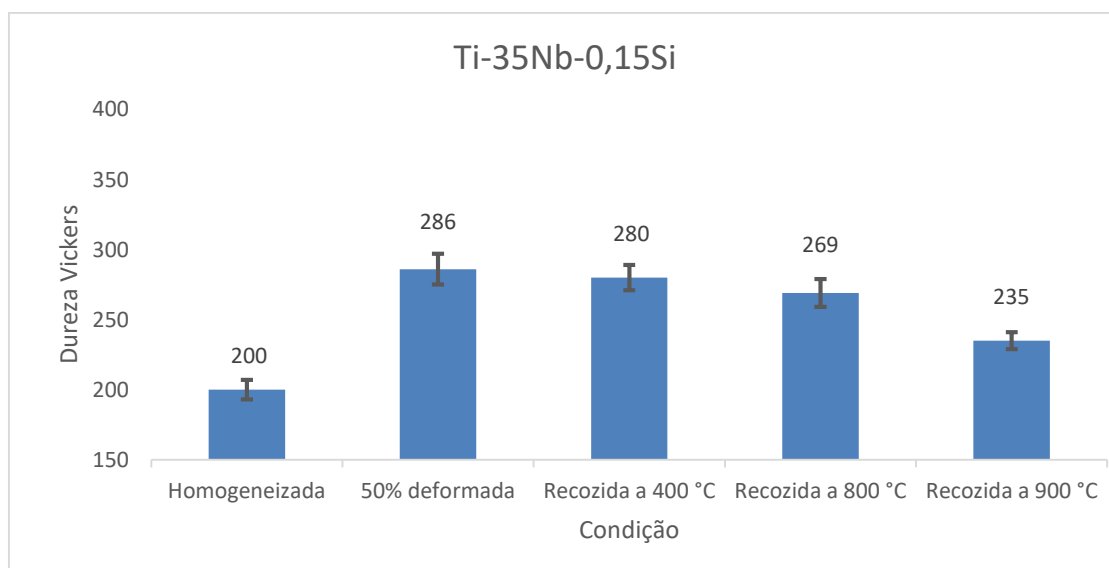


Figura 31-Dureza da liga Ti-35Nb-0,15Si em diferentes condições.

Na liga Ti-35Nb-0,25Si, figura 32, o recozimento a 400 °C surtiu o efeito esperado, ou seja, aumento da dureza em relação à amostra 50% deformada. Conforme

discutido anteriormente, possivelmente isso ocorreu por conta da decomposição da fase α ". É importante ressaltar também que a dureza obtida para a amostra recozida a 900 °C foi praticamente a mesma da amostra homogeneizada, o que é um indício de que o processo de recristalização chegou ao fim.

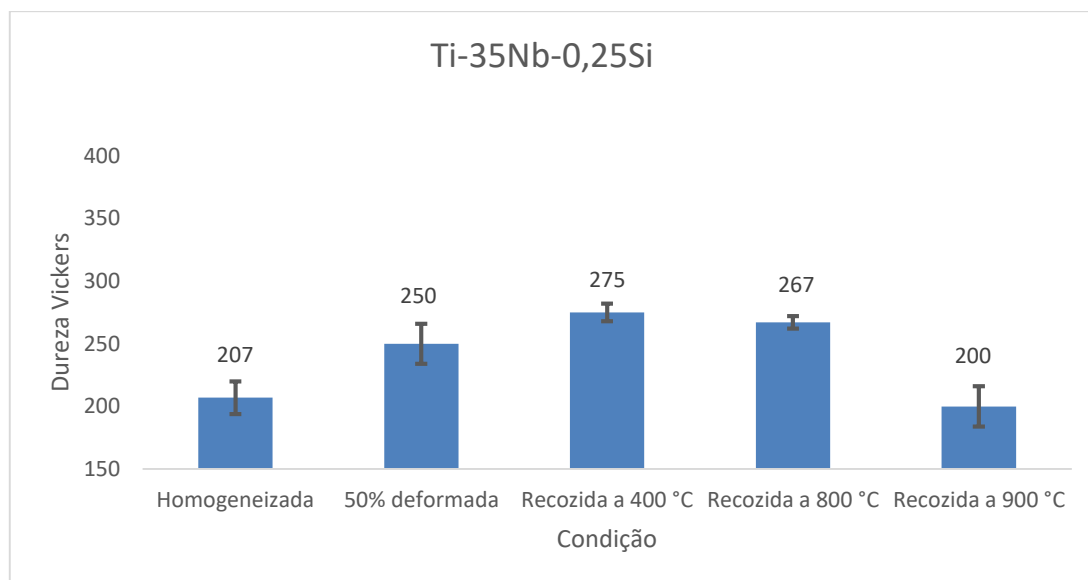


Figura 32-Dureza da liga Ti-35Nb-0,25Si em diferentes condições.

A figura 33 apresenta as durezas da liga Ti-35Nb-0,35Si nas diferentes temperaturas de recozimento. Foi verificado que também ocorreu aumento de dureza na amostra recozida a 400 °C em comparação com a amostra deformada. A dureza da amostra recozida a 900 °C foi menor do que a da amostra na condição inicial (homogeneizada), indicando que a etapa de recristalização foi concluída e que a etapa de crescimento dos grãos foi iniciada.

Ao analisar-se as três ligas estudadas, observa-se que quanto maior a quantidade de Si, menor foi a dureza após o recozimento a 900 °C. Portanto, pode-se inferir que o aumento da quantidade de Si auxiliou no processo de recristalização das ligas, o que está de acordo com HUMPHREYS e HATHERLY (2004), que relataram que esse é o efeito usual da adição de solutos em um metal.

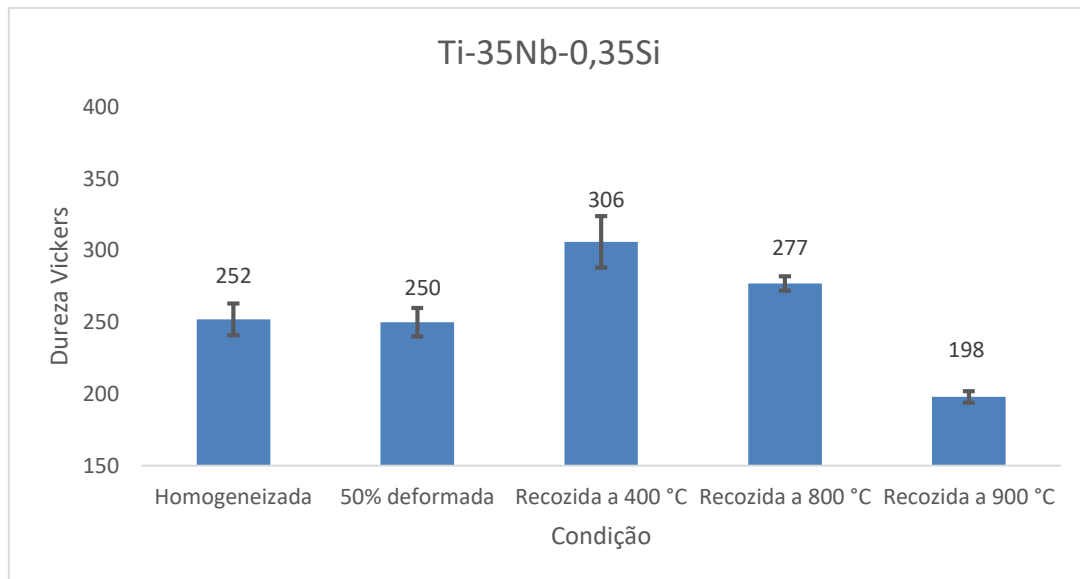


Figura 33-Dureza da liga Ti-35Nb-0,35Si em diferentes condições.

6.4.2. Difração de raios X das ligas recozidas

As figuras 34, 35 e 36 mostram os difratogramas das ligas Ti-35Nb-XSi ($X=0,15$; $0,25$ e $0,35$) deformada por forjamento com 50% de redução da altura e recozida nas três temperaturas.

Na liga Ti-35Nb-0,15Si, figura 34, verificou-se que na temperatura de recozimento de 400 °C ainda foram identificados muitos picos referentes à fase α' , o que é condizente com os ensaios de dureza que mostraram pouca variação nessa propriedade. Esses resultados indicam que nessa temperatura ocorreu apenas o alívio das tensões internas. Na temperatura de 800 °C o difratograma foi muito semelhante ao obtido para a temperatura de 400 °C, indicando que essa temperatura não foi suficiente para iniciar o processo de recristalização. O difratograma obtido para a temperatura de 900 °C mostra que surgiram picos referentes à fase β , o que indica que o processo de recristalização foi iniciado. Porém como o valor de dureza não voltou ao seu valor inicial (sem deformação), o processo de recristalização não foi concluído.

No difratograma de raios X da liga Ti-35Nb-0,25Si nas diferentes condições de recozimento, figura 35, verifica-se que na temperatura de 800 °C há mais picos referentes à fase α' , indicando que nessa temperatura o processo de recristalização foi iniciado. Na temperatura de 900 °C ainda foram identificados picos da fase α' , porém os valores de

dureza obtidos para essa condição foram semelhantes aos valores da liga sem deformação, indicando que o processo de recristalização chegou perto da sua conclusão.

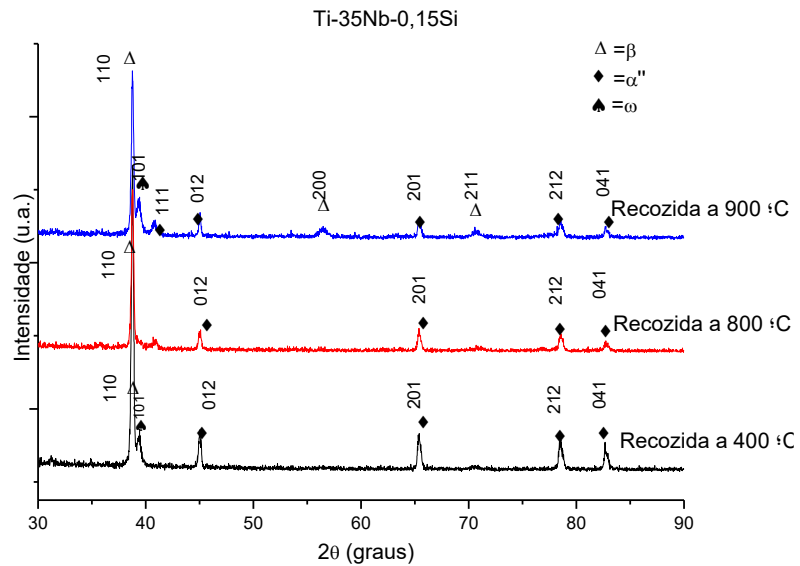


Figura 34-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,15Si com 50% de deformação por forjamento, recozida em 3 temperaturas.

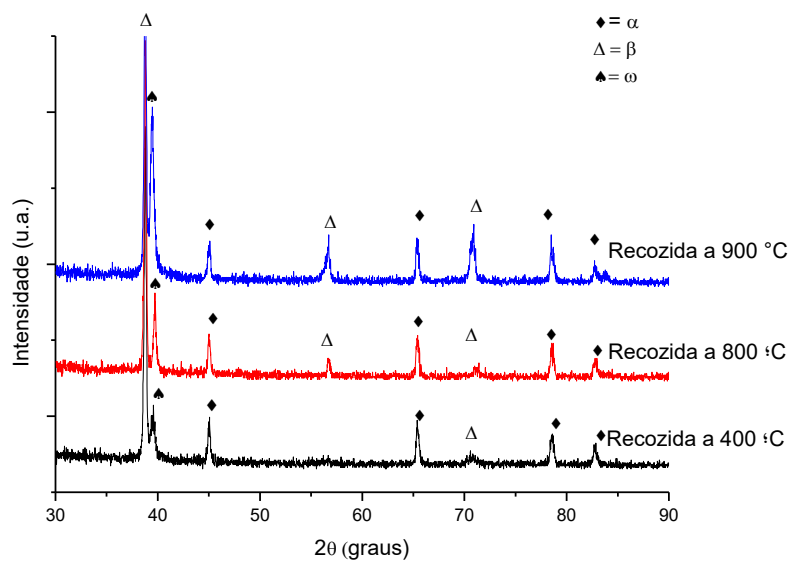


Figura 35-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,25Si com 50% de deformação por forjamento, recozida em 3 temperaturas

Os resultados obtidos para a liga Ti-35Nb-0,35Si recozida nas diferentes temperaturas, figura 36, enriqueceram a hipótese de que na temperatura de 400 °C ocorreu apenas o alívio de tensões residuais, já que ainda foram identificados muitos picos referentes à fase α'' , indicando que a temperatura não foi suficiente para promover a total transformação de α'' para β . Na temperatura de 800 °C foi identificado apenas 1 pico referente à fase α'' , indicando que o processo de recristalização se iniciou e grande parte dos grãos da fase α'' foram transformados, enquanto na temperatura de 900 °C só foram identificados picos da fase β , indicando que o processo de recristalização foi completamente concluído. Os ensaios de dureza mostraram que os valores obtidos para essa condição foram inferiores aos da amostra sem deformação, indicando que o processo de crescimento dos grãos foi iniciado.

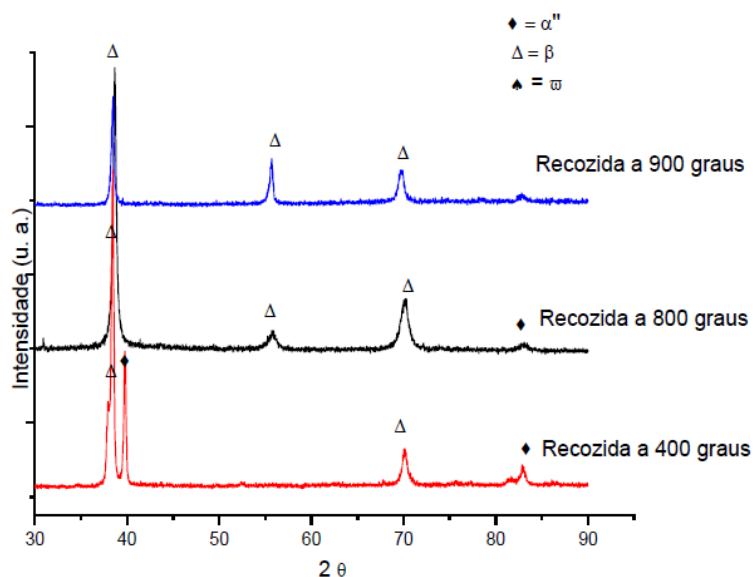


Figura 36-Difratograma da liga Ti-35Nb-0,35Si com 50% de deformação por forjamento recozida, em 3 temperaturas.

6.4.3. Microscopia óptica das ligas recozidas

Foram realizadas análises metalográficas nas ligas recozidas com a finalidade de avaliar as transformações microestruturais ocorridas em cada temperatura. Na figura 37 são visualizadas as microestruturas da liga Ti-35Nb-0,15Si recozida nas diferentes

temperaturas. Observa-se que a microestrutura da amostra recozida a 400 °C, figura 37(a), ainda possui uma grande quantidade de linhas de deformação, indicando que não houve uma grande quantidade de recristalização. Nos recozimentos a 800 °C e 900 °C, figuras 37(b) e 37(c), percebe-se que houve uma maior redução nos efeitos da deformação, com a redução na quantidade de linhas de deformação e a presença de grãos equiaxiais, respectivamente, o que explica as reduções na dureza que ocorreram nessas condições.

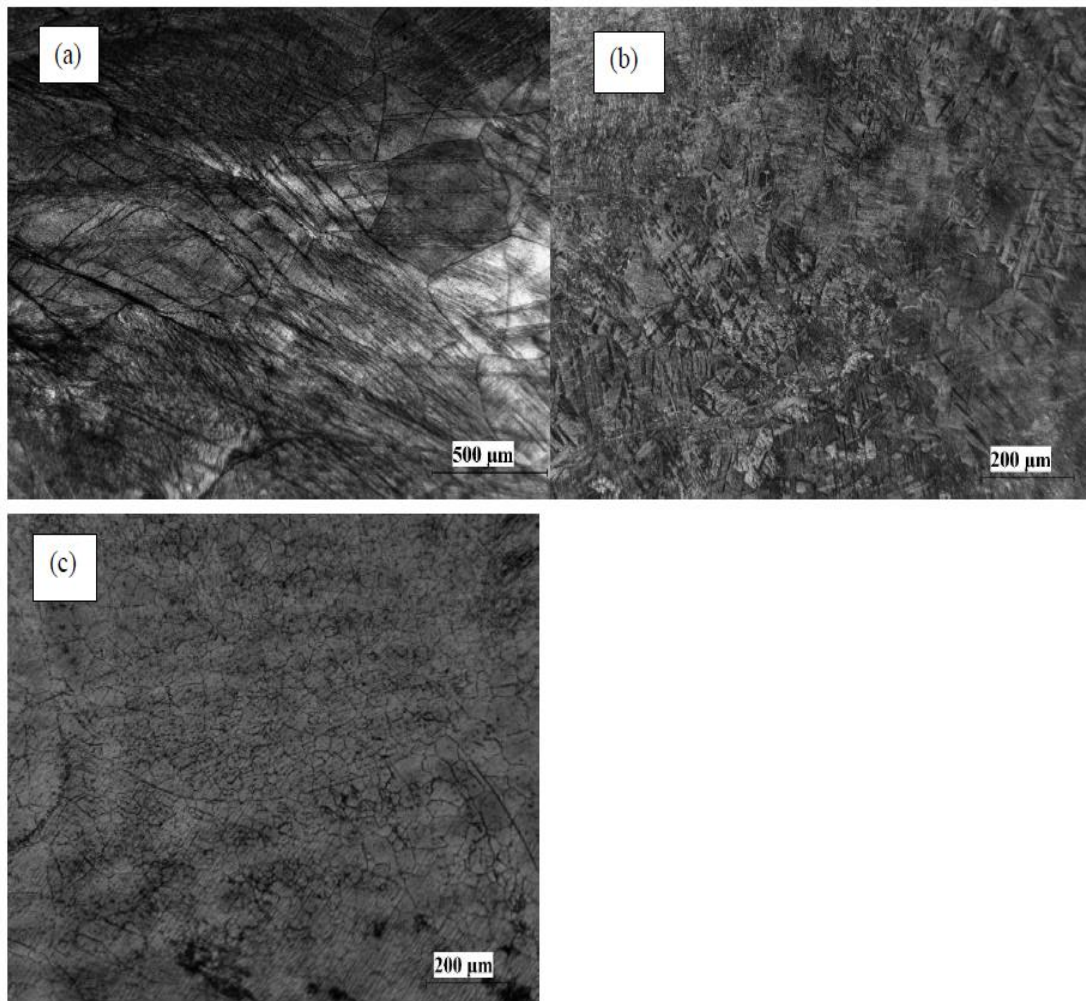


Figura 37-Micrografia óptica da liga Ti-35Nb-0,15Si recozida: (a) 400 °C, (b) 800 °C e (c) 900 °C.

6.5. Deformação em matriz ECAP

Na deformação pelo método de ECAP foi empregada a liga Ti-35Nb-0,35Si que apresentou um comportamento mecânico de estabilidade em relação à deformação

plástica, diferente das ligas Ti-35Nb-0,15Si e Ti-35Nb-0,25Si que apresentaram maior sensibilidade à deformação plástica. O processo de deformação ECAP caracterizado por deformações muito severas foi empregado com o objetivo de avaliar melhor a estabilidade da liga Ti-35Nb-0,35Si. Foi empregada matriz de 120°, a rota BC e as deformações ocorreram com 1, 2, 4 e 6 passes. Foi analisada a região superior do corpo de prova deformado.

6.5.1. Dureza da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP

A primeira etapa do estudo foi a realização de um teste para descobrir-se a quantos passes o material poderia ser submetido. Foi verificado que a partir do 7º passe a amostra começou a apresentar trincas. A explicação para esse resultado está associada à formação de compostos intermetálicos que surgem quando o limite de solubilidade do Si no sistema Ti-Nb é ultrapassado (XU *et al.*, 2005). Provavelmente, para essa quantidade Si na liga, ocorreu a formação desses compostos que tendem a fragilizar o material e reduzir sua ductilidade. Em função disso, a liga foi submetida a 1, 2, 4 e 6 passes.

De acordo com QARNI *et al.* (2017), o ensaio de dureza é considerado o procedimento padrão para investigar o nível da tensão armazenada após o processamento e também para estudar o nível de homogeneidade do material em relação às propriedades mecânicas e às correspondentes mudanças microestruturais.

Na figura 38 são mostrados os resultados de dureza para a liga deformada por ECAP em diferentes passes. Constata-se que há tendência de ganho na dureza do material com o aumento da quantidade de passes, conforme relatado por QARNI *et al.* (2017). A dureza média do material antes do processamento por ECAP foi 257 HV, enquanto a dureza da amostra após o sexto passe foi 322 HV, o que representa um aumento de 25%. Esse ganho é atribuído ao fato de que um grande nível de deformação é acumulado no material em cada passe, o que ocasiona a redução do tamanho dos grãos, e consequentemente o aumento da resistência mecânica.

O comportamento da liga Ti-35Nb-0,35Si foi diferente nos dois processos de deformação plástica analisados. A deformação em matriz aberta caracterizou-se pelo aumento da dureza nos níveis de deformação de 12,5 e 25% seguido pela redução nos maiores níveis de deformação (37,5% e 50%). Na deformação em matriz ECAP ocorreu

o aumento contínuo de dureza com a elevação do número de passes, indicando que a microestrutura foi afetada de forma diferente nos dois processos.

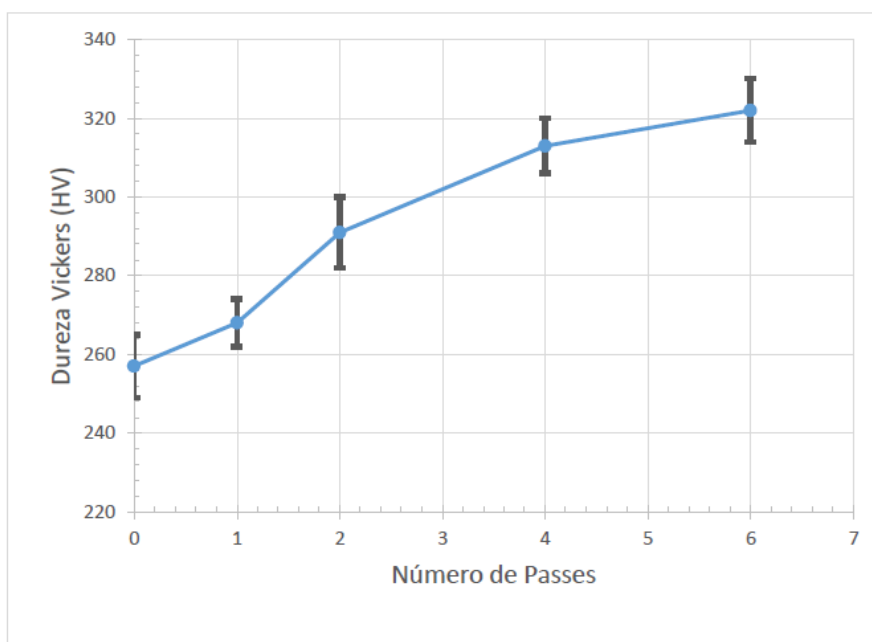


Figura 38-Variação da dureza com o aumento do número de passes na liga Ti-35Nb-0,35Si deformada por ECAP.

Tanto no primeiro nível de deformação (262 HV) quanto no primeiro passe (268 HV) ocorreu pouco aumento em relação às amostras não processadas (252 HV e 257 HV). No segundo passe e segundo nível de deformação foi verificado um maior aumento (308 HV e 291 HV, respectivamente). A diferença primordial ocorreu nos terceiros níveis. Enquanto no terceiro nível de deformação por forjamento ocorreu redução em relação ao nível anterior (de 308 HV para 265), no terceiro passe o aumento de dureza se manteve (de 291 para 313). Nos últimos níveis de deformação e passe o comportamento do nível anterior foi confirmado. Ou seja, no processo de forjamento a dureza retornou para valores semelhantes ao da amostra não deformada enquanto no processo de ECAP o aumento continuou. A dureza máxima obtida na matriz aberta ocorreu na deformação de 25% (315 HV) valor próximo ao que foi obtido no quarto passe na matriz ECAP (291 HV).

Comparando-se os dois processos de deformação plástica empregados no presente trabalho observou-se que o comportamento da liga mudou quando analisado em relação à dureza. A figura 39 apresenta a comparação entre os dois processos, onde no forjamento em matriz aberta ocorreu aumento de dureza até a deformação de 25% com redução nos

níveis posteriores, o processo de deformação por ECAP propiciou aumento contínuo até o último passe estudado (sexto).

Os diferentes mecanismos de deformação originaram comportamentos distintos na evolução das durezas da liga Ti-35Nb-0,35Si. A deformação na matriz aberta é determinada pela redução da altura do corpo de prova, ou seja, quanto maior a redução na altura maior a deformação. Com a redução da altura ocorre o alongamento do corpo de prova no canal da matriz aberta. A deformação ocorre por escorregamento da microestrutura ao longo do canal aberto da matriz. Portanto, há uma limitação com relação ao máximo nível de deformação que as amostras podem suportar. Na deformação na matriz ECAP não há alteração nas dimensões do corpo de prova, pois a matriz é fechada, fato que amplia a possibilidade de ganho de resistência (EFTEKHARI *et al.*, 2017, NASERI *et al.*, 2017). Na matriz ECAP a deformação ocorre devido ao cisalhamento interno da microestrutura.

Outra diferença significativa verificada nos dois métodos de deformação plástica aplicados foi a carga necessária para atingir a deformação referente aos valores máximos obtidos. Enquanto no forjamento a carga foi em torno de 15 toneladas, no ECAP esse valor foi inferior a 5,0 toneladas. Ou seja, utilizando-se o método de ECAP obteve-se os mesmos resultados de aumento de dureza que o forjamento, sendo necessária uma carga bem menor.

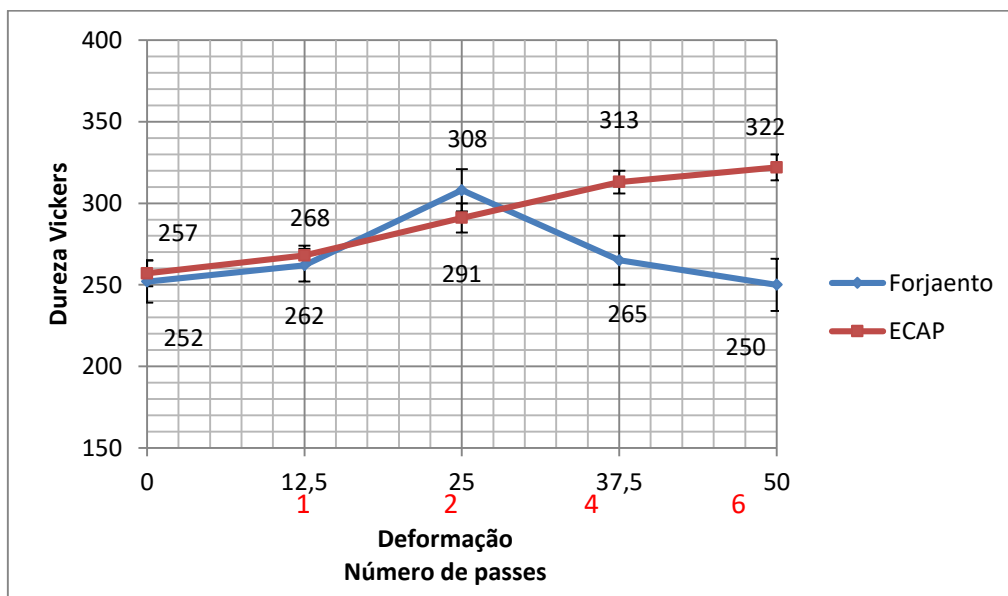


Figura 39- Comparação entre os métodos de deformação por forjamento e ECAP na liga Ti-35Nb-0,35Si.

6.5.2. DRX da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP

Foram feitas análises de difração de raios X em cada passe da liga deformada por ECAP para avaliar as transformações de fases ocorridas em cada condição. A figura 40 mostra o difratograma da liga deformada por ECAP. Após o primeiro passe, foram identificados picos referentes às fases β e martensita α'' . Esses picos se repetiram nos demais passes, porém com maior intensidade, indicando uma maior quantidade da fase α'' . Essa fase foi desencadeada pelos altos níveis de tensão provenientes da grande acumulação de deformação plástica induzida pelo ECAP. É importante salientar que foram identificados em todas as amostras pequenos picos referentes à fase ω que não tinham sido encontrados experimentos anteriores para a liga homogeneizada. Isso pode ter acontecido porque as análises de DRX da amostra homogeneizada foram realizadas em equipamento diferente das deformadas por ECAP e esse equipamento pode não ter sido capaz de identificar essa fase.

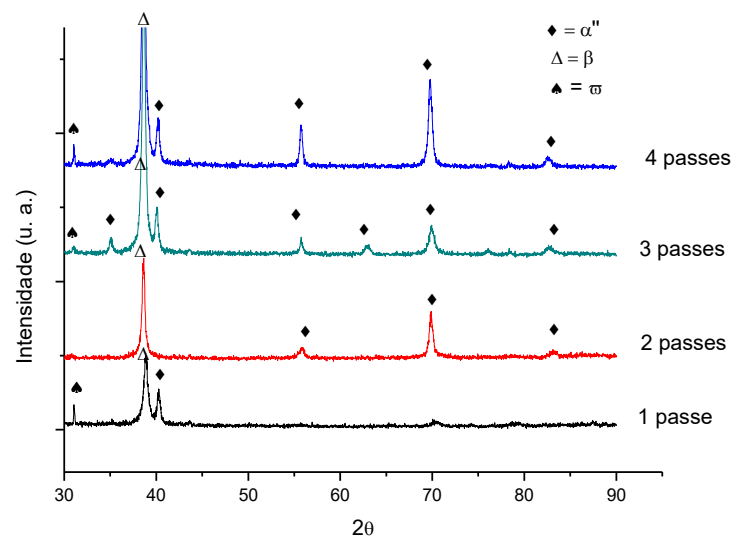


Figura 40-Difração de raios X da liga Ti-35Nb-0,15Si deformada a frio por ECAP submetida a diferentes passes.

6.5.3. Microscopia óptica da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP

A figura 40 mostra as microestruturas da liga Ti-35Nb-0,35Si processada por ECAP nos diferentes passes. Na figura 41(a), visualiza-se a microestrutura da liga após o primeiro passe e percebe-se que ocorreu uma redução no tamanho dos grãos em comparação com a amostra somente homogeneizada. Esse refinamento foi mais perceptível no segundo passe, figura 41(b) e se confirma no quarto e sexto passes, figuras 40(c) e 41 (d).

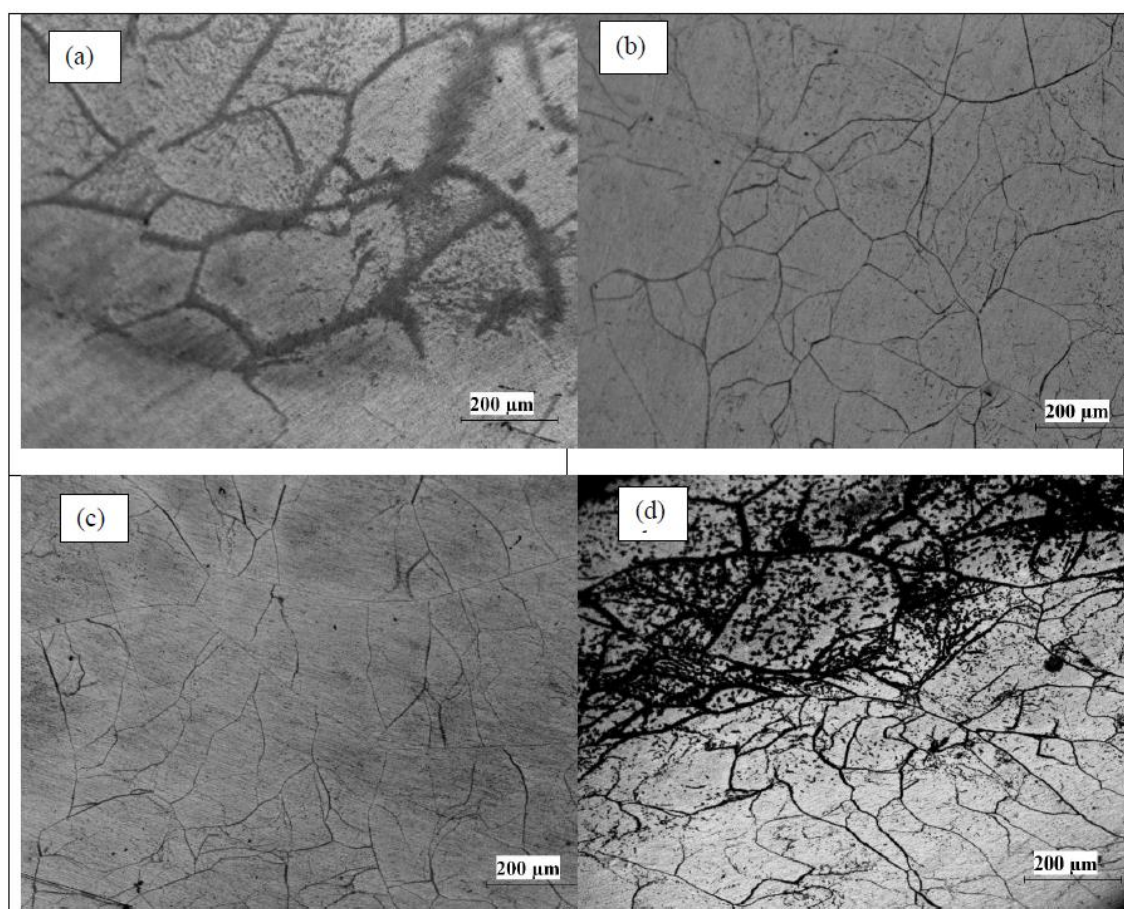


Figura 41-Micrografias da liga Ti-35Nb-0,35Si processada por ECAP: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 4 passes e (d) 6 passes.

Esses resultados são coerentes com os obtidos por QARNI *et al.* (2017), que verificaram o tamanho de grão do Ti comercialmente puro foi reduzido de 22 μm para 0.89 μm após o sexto passe. Além disso, na amostra submetida a 6 passes, figura 40(d), foram identificadas regiões escuras no interior dos grãos. Essas regiões foram

identificadas como bandas de cisalhamento. De acordo com LIN *et al.* (2013), quando o tamanho dos grãos de um material é inferior a determinado nível, o modo de deformação muda drasticamente de uma deformação uniforme para uma deformação cisalhante localizada acompanhada por bandas de cisalhamento, que ocorrem preferencialmente em zonas de deformação altamente localizadas. Essas bandas de cisalhamento se alinham em uma direção contendo grãos alongados e um grande número de discordância em seu interior, que desempenham um papel importante na anisotropia da microdureza.

7. CONCLUSÕES

Os experimentos realizados nesta tese foram de extrema relevância e contribuíram para o melhor entendimento a respeito do comportamento de ligas de Ti-Nb-Si quando submetidas a tratamentos termomecânicos. Os resultados obtidos permitiram chegar-se às seguintes conclusões:

1. As ligas Ti-35Nb-0,15Si e liga Ti-35Nb-0,25Si apresentaram comportamento semelhante quando deformadas em matriz aberta, com aumento de dureza até o nível de deformação de 37,5% e redução no nível de 50%.
2. A liga Ti-35Nb-0,35Si apresentou comportamento próprio quando deformada em matriz aberta. A redução na dureza ocorreu em um nível de deformação anterior (25%). Além disso, essa composição se caracterizou por uma menor sensibilidade ao encruamento, acarretando em um menor ganho de dureza que as outras composições analisadas.
3. O processo de recristalização de amostras com 50% de deformação mostrou que:
 - O aquecimento a 400 °C ocasionou o alívio das tensões internas em todas as composições analisadas. Nessa temperatura não foi identificado o início da recristalização em nenhuma composição estudada.
 - Na liga Ti-35Nb-0,15Si o aquecimento a 800 °C não acarretou o início da recristalização. No aquecimento a 900 °C foi identificado o início da recristalização, porém o processo não foi concluído.
 - A liga Ti-35Nb-0,25Si apresentou o fim do processo de recristalização na temperatura de 900 °C.
 - O aquecimento da liga Ti-35Nb-0,35Si a 900 °C ocasionou o crescimento excessivo dos grãos do material, acarretando em redução na dureza.
 - O aumento de teor de Si nas ligas facilitou o processo de recristalização.
4. O comportamento da liga Ti-35Nb-0,35Si deformada em matriz ECAP foi diferente do comportamento da deformação em matriz aberta. A deformação plástica produzida na matriz ECAP produziu aumento contínuo de dureza e não apresentou redução de dureza com o aumento da deformação como na matriz aberta.

5. Os processos de deformação empregados possibilitaram ganho de resistência mecânica às ligas. No processo de ECAP a carga necessária para obtenção do máximo valor de dureza foi $1/3$ da carga aplicada no processo via matriz aberta.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Efetuar análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão para identificar a presença de compostos intermetálicos na liga com composição Ti-35Nb-0,15Si;
2. Medir o módulo de elasticidade das ligas deformadas a frio e das ligas recristalizadas nas diferentes temperaturas para verificar se há variação dessa propriedade;
3. Realizar estudos de biocompatibilidade nas ligas estudadas;
4. Dar continuidade aos estudos de ECAP nas ligas Ti-35Nb-0,15Si e Ti35Nb-0,25Si.

Foi elaborada uma nova matriz para deformação pelo processo de ECAP. Essa matriz contará com canais com cavidades maiores, que possibilitarão o processamento de corpos de prova com dimensões maiores.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDEL-HADY, M., NIINOMI, M., 2013, “Biocompatibility of Ti-Alloys for Long-Therm Implantation”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 20, pp. 407-415.
- ADEDOKUN, S. T. “A Review on Equal Channel Angular Extrusion as a Deformation and Grain Refinement Process”, *Journal of Emerging Trends in Engineering and Applied Sciences*, v. 2, pp. 360-363, 2011.
- AL-ZAIN, Y., KIM, H., HOSODA, H., *et al.*, 2010., “Shape Memory Properties of Ti-Nb-Mo Alloys for Biomedical Alloys”, *Acta Materialia*, v. 58, pp. 4212-4223.
- ASKELAND, D., PHULÉ, P., 2008, *Ciência e Engenharia dos Materiais*. São Paulo, Cengage Learning.
- BAI, Y., DENG, Y., ZHENG, Y., *et al.*, 2016, “Characterization, Corrosion Behavior, Cellular Response and In Vivo Bone Tissue Compatibility of Titanium–Niobium Alloy with Low Young's Modulus”, *Materials Science and Engineering C*, v. 59, pp. 565 – 576.
- BERMINGHAM, M. J., MACDONALD, S. D., DARGUSCH, M. S., *et.al.*, 2008, “The Mechanism of Grain Refinement of Titanium by Silicon”, *Scripta Materialia*, v.58, pp. 1050-1053.
- BIESIEKIERSKI, A., WANG, J., ABDEL-HADY, M., *et al.*, 2012, “A New Look at Biomedical Ti-Based Shape Memory Alloys”, *Acta Biomaterialia*, v. 8, pp. 1661-1669.
- BOBBILI, R., MADHU, V., 2016, “Dynamic Recrystallization Behavior of a Biomedical Ti–13Nb–13Zr Alloy”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 59, pp. 146 – 155.
- BÖNISCH, M., CALIN, M., HUMBEECK, J. V., *et al.*, 2015, “Factors Influencing the Elastic Moduli, Reversible Strains and Hysteresis Loops in Martensitic Ti-Nb Alloys”, *Materials Science and Engineering C*, v. 48, pp. 511-520.
- BÖNISCH, M., CALIN, M., WAITZ, M., *et al.*, 2013, “Thermal Stability and Phase Transformations of Martensitic Ti-Nb Alloys”, *Science and Technology of Advanced Materials*, v. 14, pp. 1-9.

- BREME, J., EINSENBARTH, E., BIEHL, V., 2003, “Titanium and Its Alloys for Medical Applications”. In: Leyens, C., Peters, M. (eds), *Titanium and Titanium Alloys*, chapter 16, Weinheim, Germany, WILEY-VCH.
- CABRAL, H. J. R., 2013, *Produção, Deformação a Frio e Recristalização da Liga Ti-35Nb-0,15Si*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.
- CALLISTER, W. D., 2008, *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 7 ed. Rio de Janeiro, LTC.
- CHANG, L. L., WANG, Y. D., REN, Y., 2016, “In-situ Investigation of Stress-Induced Martensitic Transformation in Ti–Nb Binary Alloys With Low Young's Modulus”, *Materials Science and Engineering A*, v. 651, pp. 442-448.
- COLOMBO, G. A., 2010, *The Effect of Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) and Boron Additions on the Mechanical Properties of a Biomedical Ti-Nb-Zr-Ta (TNZT) Alloy*. Ph.D. dissertation, Washington University in St. Louis, Saint Louis, Missouri, USA.
- CREMASCO, A., LOPES, E. S. N., CARDOSO, F. F., *et al.*, 2013, “Effects of the Microstructural Characteristics of a Metastable β Ti Alloy on Its Corrosion Fatigue Properties”, *International Journal of Fatigue*, v. 54, pp. 32-37.
- EINSENBARTH, E., VELTEN, D., MÜLLER, M. *et al.*, 2004, “Biocompatibility of β -Stabilizing Elements of Titanium Alloys”, *Biomaterials*, v. 25, pp. 5705-5713.
- ELMAY, W., BERVEILLER, S., PATOOR, E., *et al.*, 2017, “Texture Evolution of Orthorhombic α ” Titanium Alloy Investigated by In Situ X-ray Diffraction”, *Materials Science & Engineering A*, v. 679, pp 504-510.
- GEETHA, M., SINGH, A. K., ASOKAMANI, R., *et al.*, 2009, “Ti Based Biomaterials, The Ultimate Choice for Orthopedic Implants – A Review”, *Progress in Materials Science*, v. 54, pp. 397-425.
- GENG, T., LI, C., BAO, J., *et al.*, 2009, “Thermodynamic Assessment of the Nb–Si–Ti System”, *Intermetallics*, v. 17, pp. 343-357.

- GRIZA, S., SÁ, D. H. G., S., BATISTA, W. W., *et al.*, 2014, “Microstructure and Mechanical Properties of Hot Rolled TiNbSn Alloys” *Materials and Design*, v. 56, pp. 200-208.
- GUO, Y., GEORGARAKIS, K., KOKOYAMA, Y., 2013, “On the Mechanical Properties of TiNb Based Alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 571, pp. 25-30.
- HAGHIGHI, S., LIU, Y., CAO, G., *et al.*, 2016, “Influence of Nb on the $\beta \rightarrow \alpha$ ” Martensitic Phase Transformation and Properties of The Newly Designed Ti–Fe–Nb alloys”, *Materials Science and Engineering C*, v. 60, pp. 503 – 510.
- HAJIZADEH, K., EGHBALI, B., TOPOLSKI, K., *et al.*, 2014, “Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region”, *Materials Chemistry and Physics*, v. 143, pp. 1032 – 1038.
- HANADA, S., MATSUMOTO, H., WATANABE, S., 2005, “Mechanical Compatibility of Titanium Implants in Hard Tissues”, *International Congress Series*, v. 1284, pp. 239-247.
- HSU, H., WU, S., HSU, S., *et al.*, 2014, “Structure and Mechanical Properties of As-Cast Ti-Si Alloys”, *Intermetallics*, v. 47, pp. 11-16.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M., 2004, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2 ed. Oxford, ELSEVIER.
- HUSSEIN, A. H., GEPREEL, M. A., GOUDA, M. K., *et al.*, 2016, “Biocompatibility of New Ti–Nb–Ta Base Alloys”, *Materials Science and Engineering C*, v. 61, pp. 575 - 578.
- IBGE, 2008, *Projeção da População do Brasil por Sexo e Idade – 1980-2050 -Revisão 2008*. Rio de Janeiro.
- IVASISHIN, O., MARKOVSKY, P., MATVIYCHUK, Y., *et al.*, 2003, “Precipitation and Recrystallization Behavior of Beta Titanium Alloys During Continuous Heat Treatment”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34A, pp. 147-148.
- KARRE, R., NIRANJAN, M., DEY, S., *et al.*, 2015, “First Principle Theoretical Investigations of Low Young’s Modulus Beta Ti-Nb and Ti-Nb-Zr Alloys Compositions for Biomedical Applications”, *Materials Science and Engineering C*, v. 50, pp. 52-58.

- KENT, D., WANG, G., DARGUSCH, M., 2013, “Effects of Phase Stability and Processing on the Mechanical Properties of Ti–Nb Based β Ti Alloys”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 28, pp. 15-25.
- KIM, H. S., KIM, W. Y., LIM, S. H., 2006, “Microstructure and Elastic Modulus of Ti–Nb–Si Ternary Alloys for Biomedical Applications”, *Scripta Materialia*, v. 54, pp. 145-163.
- KIM, H. S., KIM, W. Y., LIM, S. H., 2006, “Microstructure and Elastic Modulus of Ti–Nb–Si Ternary Alloys for Biomedical Applications”, *Scripta Materialia*, v. 54, pp. 145-163.
- KIM, H. S., LIM, S. W., YEO, I. D. *et al.*, 2007, “Stress-induced Martensitic Transformation of Metastable β -titanium Alloy”, *Materials Science and Engineering A*, pp. 322-325.
- KIM, H. Y., SATORU, H., KIM, J. I., *et al.*, 2004, “Mechanical Properties and Shape Memory Behavior of Ti–Nb Alloys”, *Materials Transactions*, v. 45, pp. 2443-2448.
- LEE, C. M.; JU, C. P.; CHERN LIN, J. H., 2002, “Structure and Properties of Titanium-25Niobium-x Iron Alloys”, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 13, pp. 695-700.
- LIANG, S. X., FENG, X. J., YIN, L. X., *et al.*, 2016, “Development of a New β Ti Alloy with Low Modulus and Favorable Plasticity for Implant Material”, *Materials Science and Engineering C*, v. 61, pp. 338 – 343.
- LIN, Z., WANG, L., XUE, X., *et al.*, 2013, “Microstructure Evolution and Mechanical Properties of a Ti–35Nb–3Zr–2Ta Biomedical Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing (ECAP)”, *Materials Science and Engineering C*, v. 33, pp. 4551 – 4561.
- LIU, X., CHU, P. K., DING, C., 2004, “Surface Modification of Titanium, Titanium Alloys, and Related Materials for Biomedical Applications”, *Materials Science and Engineering R*, pp. 49-121.
- LOPES, E. S. N., 2009, *Correlação Entre Transformações de Fases e Comportamento Mecânico de Ligas Ti-Nb-Sn e Sua Aplicação na Concepção de Implantes Ortopédicos*

com Propriedades Otimizadas. Dissertação de M.Sc., FEM/Unicamp, Campinas, SP, Brasil.

LÜTJERING, G., WILLIAMS, J. C., 2003, *Titanium*. Berlin, Springer-Verlag.

MA, Y., YANG, S., JIM, W., 2011, “Microstructure, Mechanical and Shape Memory Properties of Ti-55Ta-xSi Biomedical Alloys”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, v.21, pp. 287-291.

MANTANI, Y., TAJIMA, M., 2006, “Phase Transformation of Quenched α' Martensite by Aging in Ti-Nb Alloys”, *Materials Science and Engineering A*, pp. 315-319.

MARTINS, D. Q., OSÓRIO, W. R., SOUZA, M. E. P., *et al.*, 2008, “Effects of Zr Content on Microstructure and Corrosion Resistance of Ti-30Nb-Zr Casting Alloys for Biomedical Applications”, *Electrochimica Acta*, v. 53, pp. 2809-2817.

MATSUMOTO, H., WATANABE, S., HANADA, S., 2005, “Beta TiNbSn Alloys with Low Young’s Modulus and High Strength”, *Materials Transactions*, v. 46, pp. 1070-1078.

NASERI, R., KADKHODAYAN, M., SHARIATI, M., 2017, “Static mechanical properties and ductility of biomedical ultrafine-grained commercially pure titanium produced by ECAP process” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, v. 27, PP. 1964–1975.

NIINOMI, M., 2008, “Mechanical Biocompatibilities of Titanium Alloys for Biomedical Applications”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, pp. 30-42, 2008.

NIINOMI, M., NAKAI, M., HIEDA, J., 2012, “Development of New Metallic Alloys for Biomedical Applications”, *Acta Biomaterialia*, v.8, pp. 3888-3902.

NING, Y., LUO X., LIANG, H., *et al.*, 2015, “Competition between Dynamic Recovery and Recrystallization During Hot Deformation for TC18 Titanium Alloy”, *Materials Science & Engineering A*, v. 635, pp 77-85.

PADILHA, A. P., SICILIANO, F., 1996, *Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura*, 2 ed. São Paulo, ABM.

- PATHAK, A., BANUMATHY, R. SANKARASUBRAMANIAN, *et al.*, 2014, “Orthorhombic Martensitic Phase in Ti-Nb Alloys: A First Principle Study”, *Computational Material Science*, v. 83, pp. 222-228.
- PETERS, M., HEMPTENMACHER, J., KUMPFERT, J., *et al.*, 2003, “Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys”, In: Leyens, C., Peters, M. (eds), *Titanium and Titanium Alloys*, chapter 1, Weinheim, Germany, WILEY-VCH.
- PETERS, M., LEYENS, C., 2003, “Fabrication of Titanium Alloys”. In: LEYENS, C., PETERS, M. (eds), *Titanium and Titanium Alloys*, chapter 8, Weinheim, Germany, WILEY-VCH.
- POLYAKOVA, V. V., SEMENOVA, I. P., POLYAKOV, A. V., *et al.*, 2017, “Influence of Grain Boundary Misorientations on the Mechanical Behavior of a Near- α Ti-6Al-7Nb Alloy Processed by ECAP”, *Materials Letters*, v. 190, pp. 256 – 259.
- QARNI, M. J., SIVASWAMY, G., ROSOCHOWSKI, A., *et al.*, 2017, “Effect of Incremental Equal Channel Angular Pressing (I-ECAP) on the Microstructural Characteristics and Mechanical Behaviour of Commercially Pure Titanium”, *Materials and Design*, v. 122, pp. 385 – 402.
- QIAL, Y., GUO, X., 2010, “Formation of Cr-Modified Silicide Coatings on a Ti–Nb–Si Based Ultrahigh-Temperature Alloy By Pack Cementation Process”, *Applied Surface Science*, v. 256, pp. 7462-7471
- RACK, H. J., QAZI, J. I., 2006, “Titanium Alloys for Biomedical Applications”, *Materials Science and Engineering C*, v.26, pp. 1269-1277.
- RATNER, B. D., HOFFMAN, A. S., SCHOEN, F. J., *et al.*, 2004, *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*. 2.ed. Elsevier Academic.
- SAKAI, T., BELYAKOV, A., KAIBYSHEV, R., *et al.*, 2014, “Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization under Hot, Cold and Severe Plastic Deformation Conditions”, *Progress in Materials Science*, v. 69, pp 130-207.
- SANDER, B., RAAB, D., 2008, “Texture Inhomogeneity in a Ti-Nb-Based β -Titanium Alloy After Warm Rolling and Recrystallization”, *Materials Science and Engineering A*, v. 479, pp. 236-247.

SONG, J., WANG, L., ZHANG, X., *et al.*, 2012, “Effects of Second Phases on Mechanical Properties and Martensitic Transformations of ECAPed TiNi and Ti - Mo Based Shape Memory Alloys”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, v. 22, pp. 1839 – 1848.

SOUZA, S. A., 2008, *Transformações de Fases e Correlações Microestrutura/Propriedades de Ligas Biocompatíveis dos Sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Ta*. Tese de Doutorado, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil.

TADDEI, E. B; HENRIQUES, V. A. R; SILVA, C. R. M.; *et al.*, 2004, “Production of New Titanium Alloy for Orthopedic Implants”, *Materials Science and Engineering C*, v.24, pp.683-687.

TAHARA, M., KIM, H. Y, INAMURA, T., *et al.*, 2013, “Role of Interstitial Atoms in the Microstructure and Non-Linear Elastic Deformation Behavior of Ti-Nb Alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 577, pp. 404-407.

TAVARES, A. M. G., 2014, *Estudo das Transformações de Fases, Propriedades Mecânicas e de Resistência à Corrosão em Ligas dos Sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Si para Aplicações Biomédicas*. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

TAVARES, A. M. G., FERNANDES, B. S., SOUZA, S. A., *et al.*, 2014, “The Addition of Si to the Ti–35Nb Alloy and its Effect on the Corrosion Resistance, When Applied to Biomedical Materials’”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 591, pp. 91-99. (resistência à corrosão)

TAVARES, A. M. G., RAMOS, W. S., DE BLAS, J. C. G., *et al.*, 2015, “Influence of Si Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Ti–35Nb Alloy for Applications in Orthopedic Implants”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 51, pp. 74 – 87.

TOBE, H., KIM, H. Y., INAMURA, T., *et al.*, 2013, “Effect of Nb Content on Deformation Behavior and Shape Memory Properties of Ti-Nb Alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 577, pp. 435-438

- WANG, X., ZHANG, L., GUO, Z., *et al.*, 2016, “Study of Low-Modulus Biomedical β Ti–Nb–Zr Alloys Based on Single-Crystal Elastic Constants Modeling”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 62, pp. 310 – 318.
- XU, H.; DU, Y.; CHEN, H. *et al.*, 2005, “Isothermal Section at 1000 °C of The Nb-Ti-Si System”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 394, pp. 235-239.
- ZHAN, Y., LI, C., JIANG, W., *et al.*, 2012, “ β -type Ti-10Mo-1.25Si-xZr Biomaterials for Applications in Hard Tissue Replacements”, *Materials Science and Engineering C*, v. 32, pp. 1664-1668.
- ZHANG, D. C., MAO, Y. F., LI, Y. L., *et al.*, 2013, “Effect of Ternary Alloying Elements on Microstructure and Superelasticity of Ti–Nb Alloys”, *Materials Science & Engineering A*, v.559, pp. 706-710.
- ZHAO, D., CHANG, K., EBEL, T., *et al.*, 2013, “Microstructure and Mechanical Behavior of Metal Injection Molded Ti–Nb Binary Alloys as Biomedical Material”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 28, pp. 171-182.
- ZHOU, Y. L., NIINOMI, M., AKAHORI, T., *et al.*, 2004, “Effects of Ta Content on Young’s Modulus and Tensile Properties of Binary Ti–Ta Alloys for Biomedical Applications”, *Materials Science and Engineering A*, v. 371, pp. 283-290.

ANEXO I

Valores das durezas.

1. Liga Ti-35Nb-0,15Si

Ti-35Nb-0,15Si				Lingote 1								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	198	187	202	190	189	196	203	188	199	190	194	6
12,5	204	197	211	205	201	195	217	193	196	216	204	9
25		285	301	291	272	295	266	287	303	291	283	19
37,5	360	325	321	335	341	342	351	340	297	323	334	18
50	311	304	308	315	295	309	304	333	296	317	309	11

Ti-35Nb-0,15Si				Lingote 2								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	205	186	199	190	194	207	206	197	200	187	197,1	8
12,5	251	231	224	257	248	228	257	226	230	219	237,1	15
25	270	278	251	248	273	250	278	276	261	239	262,4	14
37,5	303	318	306	301	321	298	313	326	332	335	315,3	13
50	273	280	295	286	285	294	297	276	271	279	283,6	9

Ti-35Nb-0,15Si				Lingote 3								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	211	198	205	193	217	223	218	224	201	218	211	11
12,5	235	221	209	237	228	232	245	213	224	237	228	11
25	279	251	250	253	247	268	258	257	261	258	258	9
37,5	310	331	328	316	307	303	300	317	305	313	313	10
50	275	250	270	276	271	249	268	272	261	271	266	10

2. Liga Ti-35Nb-0,25Si

Ti-35Nb-0,25Si				Lingote 1								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	208	209	196	200	194	187	191	234	197	198	201	13
12,5	205	224	206	195	217	214	222	201	210	231	213	11
25	213	221	235	228	231	251	246	252	246	242	237	13
37,5	338	284	320	341	320	310	296	307	318	327	316	18
50	231	252	256	217	240	237	256	228	236	272	243	16

Ti-35Nb-0,25Si				Lingote 2								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	200	217	223	206	204	208	213	205	215	213	210	7
12,5	209	225	218	205	198	208	215	221	217	214	213	8
25	236	245	259	249	255	231	245	254	243	259	248	9
37,5	313	304	317	311	304	328	301	315	308	298	310	9
50	241	247	259	243	234	256	239	246	251	257	247	8

Ti-35Nb-0,25Si				Lingote 3								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	217	206	201	210	225	204	208	198	221	218	211	9
12,5	217	228	218	219	224	237	218	223	229	234	225	7
25	241	263	270	257	259	261	251	243	248	238	253	11
37,5	304	289	313	309	298	296	284	311	294	314	301	11
50	274	268	239	263	256	245	234	265	268	271	258	14

3. Liga Ti-35Nb-0,35Si

Ti-35Nb-0,35Si				Lingote 1								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	242	258	240	246	264	274	270	256	260	262	257	11
12,5	271	265	275	258	255	264	257	267	278	249	264	9
25	298	328	304	296	323	332	312	332	321	303	315	14
37,5	283	285	260	271	268	261	306	275	274	270	275	13
50	276	251	253	265	265	248	261	268	276	270	263	10

Ti-35Nb-0,35Si				Lingote 2								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	261	239	228	253	229	261	251	235	238	235	243	12
12,5	250	265	260	247	248	241	264	258	267	249	255	9
25	316	302	307	318	291	293	311	297	329	294	306	12
37,5	262	251	237	263	258	246	239	245	259	263	252	10
50	228	236	250	230	231	227	238	227	221	235	232	8

Ti-35Nb-0,35Si				Lingote 3								
ε (%)	Medidas de Dureza										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
0	243	265	258	249	259	267	241	251	268	260	256	10
12,5	270	261	269	275	265	276	254	263	269	276	268	7
25	298	293	315	309	323	301	293	295	297	310	303	10
37,5	267	283	251	256	264	272	279	286	253	260	267	13
50	244	250	263	258	262	258	253	241	256	252	254	7

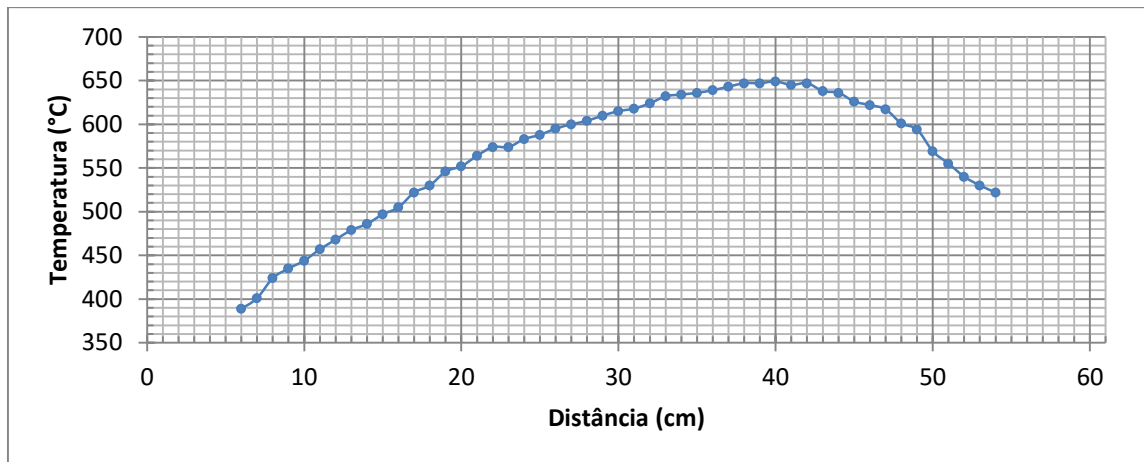
4. Análise Global

ϵ (%)	Ligas Ti-35Nb-0,15Si		Ligas Ti-35Nb-0,25Si		Ligas Ti-35Nb-0,35Si	
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
0	201	11	208	11	252	13
12,5	223	18	217	10	262	10
25	268	18	246	13	308	13
37,5	321	16	309	14	265	15
50	286	20	249	15	250	16

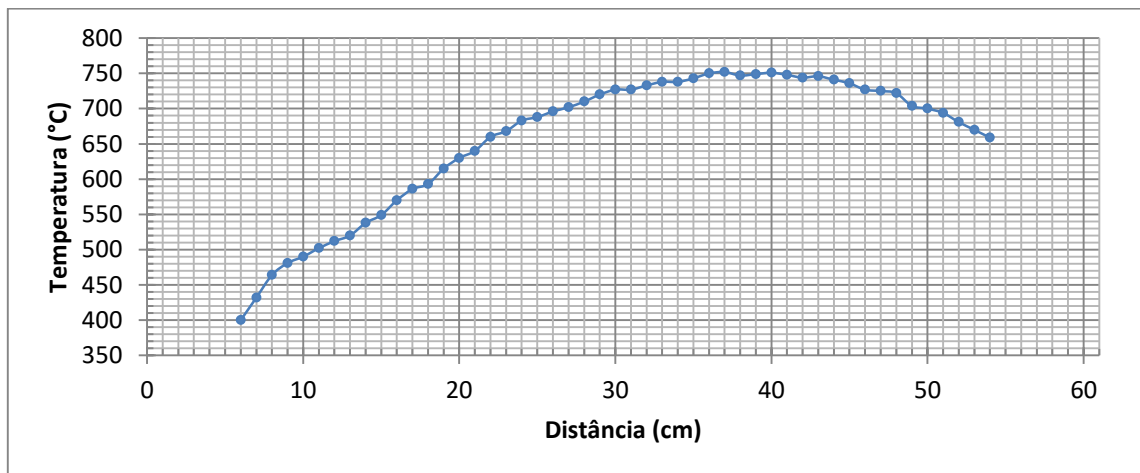
ANEXO II

Curvas de Calibração.

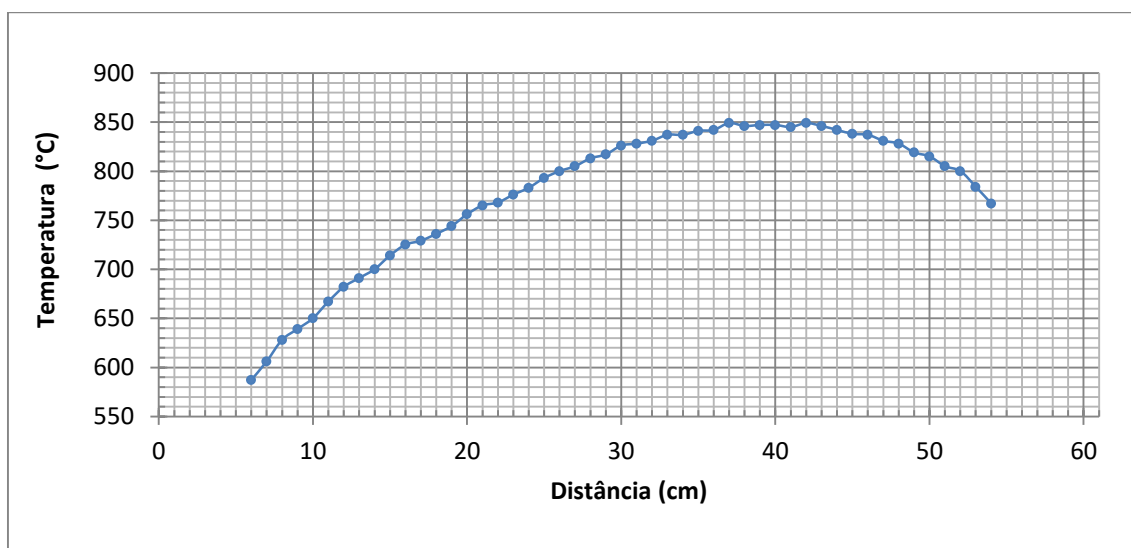
1) 600 °C.



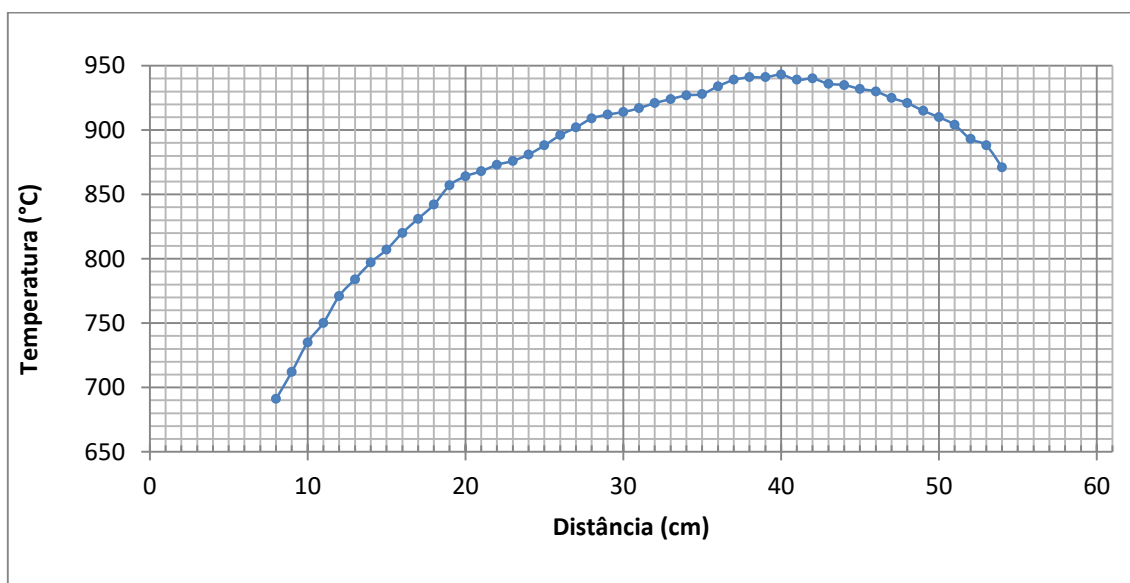
2) 700 °C.



3) 800 °C



4. 900 °C



ANEXO III.

FICHAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

44-1288		Wavelength= 1.540598				
β -Ti		2 θ	Int	h	k	l
Titanium		38.482	100	1	1	0
		55.543	12	2	0	0
		69.607	17	2	1	1
		82.447	4	2	2	0
		94.927	5	3	1	0
Rad.: CuK α	λ : 1.540598	Filter:	d-sp: Calculated			
Cut off:	Int.: Calculated	I/Icor.: 8.679				
Ref: Calvert, L., Lakes Entrance, Victoria, Australia, Private Communication, (1993)		107.628	1	2	2	2
		121.308	6	3	2	1
		137.462	1	4	0	0
		162.567	4	4	1	1
Sys.: Cubic		S.G.: Im3m (229)				
a: 3.3065	b:	c:	A:	C:		
α :	β :	γ :	Z: 2	mp:		
Ref: Eppelsheimer, D., Perman, R., Nature (London), 166, 960 (1950)						
Dx: 4.401	Dm:	SS/FOM: F θ = 66(.0152 , 9)				
High temperature phase, stable above 1153 K. W type. PSC: cI2. Mwt: 47.90. Volume[CD]: 36.15.						



© 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.00

44-1294		Wavelength= 1.54056				
Ti		2 θ	Int	h	k	l
Titanium		35.093	25	1	0	0
		38.421	30	0	0	2
		40.170	100	1	0	1
		53.004	13	1	0	2
Rad.: CuK α λ : 1.54056 Filter: Graph Mono d-sp: Diff.		62.949	11	1	1	0
Cut off: 15.0 Int.: Diffract. I/Icor.: 0.9		70.661	11	1	0	3
Ref: Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1993)		74.157	1	2	0	0
		76.218	9	1	1	2
		77.368	6	2	0	1
		82.290	1	0	0	4
		86.759	1	2	0	2
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 ₃ /mmc (194)		92.729	1	1	0	4
a: 2.9505(1)	b:	c: 4.6826(3)	A:	C: 1.5871		
α :	β :	γ :	Z: 2	mp:		
Ref: Ibid.		109.042	4	2	1	1
		114.278	3	1	1	4
		119.256	1	2	1	2
Dx: 4.506 Dm:		SS/FOM: F ₁₇ = 387(.0026 , 17)				
Color: Gray						
Peak height intensity. Sample was obtained from A.D. Mackay Inc. CAS #: 7440-32-6. Average relative standard deviation in intensity of the ten strongest reflections for three specimen mounts = 6.7%. Component of pyrotechnic boom powders. Mg type. Silicon used as an internal stand. PSC: hP2. Validated by calculated pattern. To replace 5-682. Mwt: 47.90. Volume[CD]: 35.30.						



© 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.00

Ti-Alpha"-Orthorhombic Martensite
(Materials Prop. Handbook-Titanium Alloys)

LATTICE TYPE: ORTHORHOMBIC

INITIAL DIRECT LATTICE PARAMETERS

A = 3.01000 ALPHA = 90.00000
B = 4.82000 BETA = 90.00000
C = 4.62000 GAMMA = 90.00000

WAVELENGTH 1					
1.54184					
H	K	L	D(CALC)	MULT	2TH(CALC)
0	1	0	4.8200	2	18.407
0	0	1	4.6200	2	19.211
0	1	1	3.3353	4	26.728
1	0	0	3.0100	2	29.680
1	1	0	2.5531	4	35.150
1	0	1	2.5220	4	35.598
0	2	0	2.4100	2	37.312
0	0	2	2.3100	2	38.991
1	1	1	2.2346	8	40.363
0	2	1	2.1368	4	42.298
0	1	2	2.0831	4	43.441
1	2	0	1.8813	4	48.383
1	0	2	1.8325	4	49.755
1	2	1	1.7424	8	52.521
1	1	2	1.7129	8	53.495
0	2	2	1.6676	4	55.069
0	3	0	1.6067	2	57.348
0	0	3	1.5400	2	60.079
0	3	1	1.5175	4	61.063
2	0	0	1.5050	2	61.626
0	1	3	1.4669	4	63.408
1	2	2	1.4587	8	63.807
2	1	0	1.4366	4	64.909
2	0	1	1.4310	4	65.195
1	3	0	1.4174	4	65.899
2	1	1	1.3718	8	68.385
1	0	3	1.3710	4	68.432
1	3	1	1.3550	8	69.350
0	3	2	1.3190	4	71.532
1	1	3	1.3187	8	71.552
0	2	3	1.2977	4	72.893
2	2	0	1.2765	4	74.302
2	0	2	1.2610	4	75.376
2	2	1	1.2304	8	77.591
2	1	2	1.2199	8	78.387
1	3	2	1.2081	8	79.305
0	4	0	1.2050	2	79.549
1	2	3	1.1917	8	80.621
0	4	1	1.1660	4	82.778
0	0	4	1.1550	2	83.743
0	1	4	1.1232	4	86.685
1	4	0	1.1187	4	87.123
2	2	2	1.1173	8	87.259
0	3	3	1.1118	4	87.803
2	3	0	1.0984	4	89.154
1	4	1	1.0873	8	90.314
1	0	4	1.0783	4	91.273
2	0	3	1.0764	4	91.488
2	3	1	1.0686	8	92.346

0	4	2	1.0684	4	92.370
1	1	4	1.0523	8	94.208
2	1	3	1.0505	8	94.424
1	3	3	1.0429	8	95.328
0	2	4	1.0416	4	95.490
1	4	2	1.0068	8	99.936
3	0	0	1.0033	2	100.413
2	3	2	0.9920	8	102.005
1	2	4	0.9843	8	103.112
2	2	3	0.9828	8	103.334
3	1	0	0.9823	4	103.410
3	0	1	0.9805	4	103.676
0	5	0	0.9640	2	106.205
3	1	1	0.9608	8	106.714
0	4	3	0.9490	4	108.651
0	5	1	0.9437	4	109.558
2	4	0	0.9406	4	110.083
0	3	4	0.9378	4	110.578
3	2	0	0.9263	4	112.669
0	0	5	0.9240	2	113.092
2	4	1	0.9217	8	113.520
3	0	2	0.9203	4	113.797
1	5	0	0.9181	4	114.221
2	0	4	0.9163	4	114.569
3	2	1	0.9082	8	116.173
0	1	5	0.9075	4	116.319
1	4	3	0.9051	8	116.808
3	1	2	0.9039	8	117.044
1	5	1	0.9005	8	117.772
2	1	4	0.9002	8	117.837
1	3	4	0.8954	8	118.880
2	3	3	0.8942	8	119.107
0	5	2	0.8896	4	120.121
1	0	5	0.8833	4	121.561
2	4	2	0.8712	8	124.481
1	1	5	0.8688	8	125.069
0	2	5	0.8628	4	126.645
3	2	2	0.8597	8	127.456
2	2	4	0.8565	8	128.349
1	5	2	0.8532	8	129.273
3	3	0	0.8510	4	129.803
3	0	3	0.8407	4	132.996
3	3	1	0.8369	8	134.179
0	4	4	0.8338	4	135.204
1	2	5	0.8294	8	136.724
3	1	3	0.8282	8	137.148
0	5	3	0.8171	4	141.285
2	5	0	0.8118	4	143.499
1	4	4	0.8036	8	147.226
0	6	0	0.8033	2	147.337
2	4	3	0.8027	8	147.627
0	3	5	0.8010	4	148.504
2	5	1	0.7995	8	149.265
3	3	2	0.7986	8	149.765
2	3	4	0.7959	8	151.194
3	2	3	0.7938	8	152.449
0	6	1	0.7915	4	153.838
1	5	3	0.7886	8	155.708
2	0	5	0.7874	4	156.490
2	1	5	0.7771	8	165.501
1	6	0	0.7762	4	166.669
1	3	5	0.7740	8	169.695

51-0631 Quality:

CAS Number:

Molecular Weight: 47.90

Volume (CD): 52.72

Dx: 4.527 Dm:

S. G.: P6/mmm (191)

Cell Parameters:

a 4.646 b c 2.820

 α β γ

SS/FOM: F16=3(0.108, 54)

I/cor:

Rad: MoK α

Lambda: 0.7107

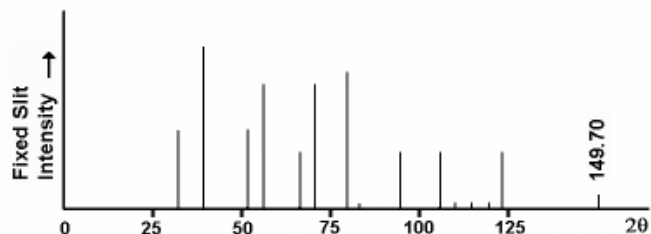
Filter:

d-sp:

 ω - Ti

Titanium

Ref: Ming, L. -c., Manghnani, M., Katahara, K., Acta Metall., 29, 479 (1981)



2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
31.715	50	0	0	1	70.236	75	3	0	0	109.88	5	0	0	3
39.010	100	1	0	1	79.549	80	1	1	2	114.47	5	1	0	3
51.314	50	1	1	1	83.042	5	2	2	0	119.43	5	2	2	2
56.327	75	2	0	1	94.496	35	3	1	1	122.40	35	2	3	1
66.280	35	0	0	2	105.76	35	3	0	2	149.70	10	2	1	3